

Aus dem
Medizinischen Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Philipps-Universität Marburg
Geschäftsführender Direktor: Prof. Dr. Lotzmann
Abteilung für Zahnerhaltung
Leiter: Prof. Dr. V. Stachniss

Oberflächenuntersuchung von Edelstahlfeilen nach chemisch-physikalischer Belastung

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades der Zahnheilkunde

dem Fachbereich Humanmedizin der
Philipps-Universität Marburg
vorgelegt

von
Kristin Ladetzki
aus Gardelegen (Sachsen-Anhalt)

Marburg/Lahn 2007

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung und Problemstellung	1
2.	Literaturübersicht	2
2.1.	Historische Verfahren in der Endodontie	2
2.2.	Ziele der Wurzelkanalaufbereitung	3
2.3.	Arten von Wurzelkanalinstrumenten	4
2.3.1.	Grundtypen konventioneller Wurzelkanalinstrumente	4
2.3.2.	Neue Wurzelkanalinstrumente	6
2.3.3.	Materialien der Wurzelkanalinstrumente	7
2.4.	Spülflüssigkeiten	8
2.4.1.	Natriumhypochlorid	9
2.4.2.	Chlorhexidin	10
2.4.3.	Chelatoren	11
2.5.	Reinigung der Wurzelkanalinstrumente	11
2.6.	Korrosion	13
2.6.1.	Definition des Begriffes Korrosion	13
2.6.2.	Die Elektrochemische Spannungsreihe	15
2.6.3.	Reaktionsarten	16
2.6.4.	Deckschichten auf Metallen	16
2.6.5.	Korrosionselemente	17
2.6.6.	Erscheinungen der Korrosion	18
2.6.8.	Korrosion in Verbindung mit mechanischer Beanspruchung	20
2.6.9.	Korrosionsschutz	20

2.7. Arten von nichtrostenden Stählen	21
2.7.1. Austenitische Stähle	21
2.7.2. Ferritische Stähle	22
2.7.3. Austenitisch-Ferritische Stähle	22
2.7.4. Martensitische Stähle	22
 2.8. Untersuchungsmethoden	 23
2.8.1. Potentiodynamische Messungen und Zyklovoltametrie	23
2.8.2. Turnbulls-Blau Test	24
2.8.3. Rasterelektronenmikroskopie	25
2.8.4. Energiedispersive Röntgenanalyse	26
 2.9. Statistische Auswertung der Ergebnisse	 26
 3. Zielsetzung	 28
 4. Material und Methoden	 30
4.1. Versuchsdesign	30
 4.2. Voruntersuchungen	 31
4.2.1. Zyklovoltametrische Messungen	31
4.2.2. Turnbulls-Blau Test	33
4.2.3. REM-Untersuchung	34
 4.3. Hauptversuch	 35
4.3.1. Auswahl und Vorbereitung der Zähne	35
4.3.2. Markierung der Feilen	35
4.3.3. Einteilung der Feilen in die Belastungsgruppen	35
4.3.4. Versuchsablauf des Hauptversuches	36
4.3.5. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung	36
4.3.6. Energiedispersive Röntgenanalyse	42

4.3.7. Entblindung der Feilen	43
4.3.8. Statistische Auswertung der erhobenen Daten	43
 5. Ergebnisse	 44
5.1. Voruntersuchungen	44
5.1.1. Zykelvoltametrische Messungen	44
5.1.2. Turnbulls-Blau Test	62
5.1.3. REM-Untersuchung	63
 5.2. Hauptversuch	 66
5.2.1. Energiedispersive Röntgenanalyse	66
5.2.2. Hauptversuch	76
 6. Diskussion	 92
6.1. Material und Methoden	92
6.1.1. Zykelvoltametrische Messungen	92
6.1.2. Turnbulls-Blau Test	93
6.1.3. REM-Untersuchung	93
6.1.4. Energiedispersive Röntgenanalyse	94
6.1.5. Hauptversuch	94
 6.2. Ergebnisse	 95
6.2.1. Zykelvoltametrische Messungen	95
6.2.2. Turnbulls-Blau Test	96
6.2.3. REM-Untersuchung	97
6.2.4. Energiedispersive Röntgenanalyse	97
6.2.5. Hauptversuch	99

6.3. Schlussfolgerung	100
7. Zusammenfassung	102
8. Literaturverzeichnis	109
9. Anhang	126
9.1. Materialliste	126
9.2. Tabellen und Listen	128
9.2.1. Zyklovoltametrische Messungen	128
9.2.2. REM-Untersuchung	131
9.2.3. Hauptversuch	132
10. Danksagung	140
11. Verzeichnis Akademischer Lehrer	141

1. Einleitung und Problemstellung

In der Endodontie werden Wurzelkanalinstrumente aus Stahl seit ca. 100 Jahren eingesetzt, da sie sich mit ihren Eigenschaften sehr gut zum Abtrag von Dentin eignen. Vor 1960 wurden zumeist Instrumente aus Kohlenstoffstahl benutzt. Da diese jedoch sehr steif und spröde waren, gewannen die flexibleren und weniger spröden Edelstahlinstrumente zunehmend an Bedeutung. Trotz neuer Entwicklungen werden Edelstahlinstrumente auch heute noch sehr häufig eingesetzt.

Während der Aufbereitung stehen die Instrumente in ständigem Kontakt mit Wurzelkanal-Spüllösungen, wie z.B. Natriumhypochlorid. Aufgabe der Spüllösung ist es, das nekrotische Pulpagewebe aufzulösen, antibakteriell zu wirken und einen Schmiereffekt zu erzielen. Damit ist sie unverzichtbar für die endodontische Behandlung und wird kontinuierlich während der Wurzelkanalaufbereitung eingesetzt. Eine weitere Eigenschaft dieser wässrigen Lösung ist jedoch ihre elektrochemische Reaktionsbereitschaft, die sich negativ auf die Wurzelkanalinstrumente auswirken kann. Längerer Kontakt des Instruments mit der Lösung kann zu Korrosionsprozessen führen. Der Begriff Korrosion leitet sich vom lateinischen Wort „corrodere“ ab und bedeutet übersetzt zerfressen oder zernagen. Es handelt sich dabei um eine destruktive Reaktion des Werkstoffes mit Stoffen aus seiner Umgebung. Eine Reduzierung der Schneidleistung und eine Schwächung der Feile bis zur Fraktur sind mögliche Folgen. Die korrosionsfördernde Wirkung von Natriumhypochlorid kann somit ein Faktor für die limitierte Anwendungshäufigkeit von Aufbereitungsinstrumenten sein.

In dieser Studie werden Hedströmfeilen vier verschiedener Hersteller bezüglich ihrer Korrosionsanfälligkeit untersucht. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, zu klären, ob diese Instrumente eine gleichwertige Korrosionsstabilität aufweisen.

2. Literaturübersicht

2.1. Historische Verfahren der Wurzelkanalaufbereitung

Bereits an prähistorischen Schädeln lassen sich Zeichen kariöser Zähne und endodontischer Erkrankungen finden (Lilley, 1976). Die Babylonier behandelten fünftausend Jahre vor Christus Zahnerkrankungen mit Praktiken, welche medizinische Heilverfahren und religiöse Austreibungsriten verbanden (Sudhoff, 1926): Im alten Ägypten wurden schon 4000 vor Christus spezielle zahnheilkundliche Behandlungsmethoden gegen Zahnschmerzen und Abszesse praktiziert (Rouot, 1992). Für die Erkrankungen der Zähne wurde im Allgemeinen ein Wurm verantwortlich gemacht (Rouot, 1992). Die Vorstellung dieses Zahnwurmes als Ursache von Zahnerkrankungen und Zahnschmerz überlebte bis in die Neuzeit (Ring, 1971). Antony van Leeuwenhoek (1632-1723) lieferte im 17. Jahrhundert eine interessante Erklärung für die Existenz des Zahnwurmes. Er vermutete der Wurm entstünde aus Fliegenlarven, welche sich während des Genusses wurmhaltiger Lebensmittel in hohlen Zähnen verfangen (Ring, 1971).

Zu Lebzeiten des Hippokrates (460-380 v. Chr.) erreichte die griechische Medizin einen Höhepunkt. Hippokrates erforschte unter anderem die Anatomie der Zähne sowie die Pathologie und Therapie von Zahnerkrankungen. Die Zahnextraktion galt als sehr gefährlich und so wurde als Therapiealternative das Ausbrennen des schmerzenden Zahnes praktiziert (Hülsmann, 1996). Im zweiten Jahrhundert nach Christus empfahl Galen, wie schon Archigenes im ersten Jahrhundert, den erkrankten Zahn mit einem kleinen Bohrer aufzubohren (Curson, 1965). Bis in die Neuzeit hinein galten Trepanation, Kauterisation, medikamentöse Einlagen und die Extraktion als einzig mögliche Behandlungsmaßnahmen (Lejeune, 1923).

Das erste Aufbereitungsinstrument wurde wahrscheinlich 1834 von Edward Maynard entwickelt. Er fertigte aus einer Uhrfeder in mehreren Arbeitsschritten eine Art Extirpationsnadel, mit welcher die Pulpa entfernt werden konnte (Hülsmann, 1996). Dr. G.A. Mills beschrieb 1883 eine Methode zur Entfernung der vitalen Pulpa unter Zuhilfenahme eines konischen Holzstäbchens, welches

in Karbolsäure getaucht und danach ins Pulpenkavum eingeschlagen wurde. Anschließend wurde das Holzstäbchen mit der an ihm haftenden Pulpa entfernt (Cruse, 1980). Auch aus Uhrmacherreibahlen, Klavierdraht und goldenen Spiralfedern wurden in Handarbeit individuelle Nervextraktoren hergestellt (Michel, 1993).

1869 wurde mit der Firma Zipperer in München der erste europäische Hersteller von Wurzelkanalinstrumenten gegründet (Denton, 1931). Anfangs existierte keine einheitliche Normierung der Instrumente. Endodontische Instrumente waren meist von 1 bis 12 nummeriert und unterschieden sich sehr stark in ihrem Taper. Die größeren Instrumente wiesen zumeist einen größeren Taper auf als die kleineren Instrumente, was die gleichmäßige konische Aufbereitung der Wurzelkanäle erschwerte. Auch die Guttapercha-Points unterschieden sich, abhängig vom Hersteller, in ihrer Größeneinteilung (Weine, 1996). Ingle forderte in den sechziger Jahren mehrfach die Standardisierung der Wurzelkanalinstrumente, welche heute international die Längen, Dicken, Toleranzen, Farbkodierungen und die Mindestanforderungen an die mechanische Belastbarkeit der Aufbereitungsinstrumente festlegt (Deutsches Institut für Normung, 1985; International Organization for Standardization, 1992).

2.2. Ziele der Wurzelkanalaufbereitung

Im Zuge der chemo-mechanischen Aufbereitung erfolgt die Reinigung und Formgebung des Wurzelkanals, um ihn für die nachfolgende Wurzelfüllung vorzubereiten (Hülsmann, 1993). Durch die Reinigung sollen vitale und nekrotische Gewebsreste, Mikroorganismen, Prädentin und infiziertes Dentin möglichst vollständig aus dem Wurzelkanal entfernt werden. Während der Formgebung soll der Wurzelkanal derart gestaltet werden, dass ein dreidimensional dichter Verschluss möglich wird (Tepel, 2000). Mehrere ältere Studien geben bereits einen Erfolg der Wurzelkanalbehandlung von bis zu 90% der Patientenfälle an, wenn die anerkannten Regeln der Aufbereitung und Desinfektion eingehalten werden (Kerekes & Tronstadt, 1979; Byström et. al., 1987).

Andere Studien sprechen jedoch von Misserfolgen bis zu 60% (Hülsmann, 1996). Eine erfolgreiche Wurzelkanalbehandlung kann nur gewährleistet werden, wenn eine gründliche Aufbereitung des Kanalsystems vorgenommen wird. Die europäische Gesellschaft für Endodontologie fordert, dass der aufbereitete Kanal den ursprünglichen Kanal umschließen, die apikale Konstruktion erhalten bleiben und der Kanal sich nach apikal verengen sollte. Außerdem sollte der Kanal von koronal nach apikal konisch zulaufen und die Aufbereitung sollte möglichst bis an die Zement-Dentin-Grenze (Foramen physiologicum) reichen (Europäische Gesellschaft für Endodontologie, 1994). Um ein Überfüllen des Wurzelkanals zu verhindern, sollte ein apikaler Stopp hergestellt werden (Nehammer, 1985; Walton, 1992/II; Weber, 2003). Er dient als Widerlager für den Masterpoint bei der Kondensation des Wurzelfüllmaterials und führt so zur verbesserten Dichtigkeit der Wurzelfüllung sowie zur Verringerung des Überstopfungsrisikos (Göhring, 1996). Das gegenteilige Patency-Konzept vertritt die Meinung, dass der Wurzelkanal bis zum anatomischen Apex aufbereitet werden soll (Schilder & Yee, 1987). Einige wichtige Argumente sprechen jedoch dagegen. So kann durch diese Art der Aufbereitung das periapikale Gewebe sehr leicht chemisch oder mechanisch traumatisiert und Bakterien aus dem Wurzelkanal in das periapikale Gewebe gedrückt werden. Außerdem besteht durch das Fehlen des apikalen Stopps die Gefahr der massiven Überfüllung des Kanals. Aus diesem Grunde sollte jede Wurzelkanalbehandlung möglichst am Foramen physiologicum enden (Guldener & Langeland, 1993; DGZMK, 03/2004).

2.3. Arten von Wurzelkanalinstrumenten

2.3.1. Grundtypen konventioneller Wurzelkanalinstrumente

Die International Organization for Standardization unterteilt die Instrumente mit umlaufenden Schneiden in die drei Grundtypen Reamer, K-Feilen und Hedströmfeilen. In der ISO-Norm Nr. 3630 beziehungsweise der ISO-Norm 3630-1 aus dem Jahre 1992 sind die Maße und Toleranzen der

Wurzelkanalinstrumente exakt festgelegt (Int. Org. for Standardization, 1992).

Reamer sind die ältesten Aufbereitungsinstrumente und werden bereits seit dem 19. Jahrhundert benutzt (Weine, 1996). Sie besitzen einen dreieckigen oder einen viereckigen Querschnitt. Die Windungen werden durch Verdrillen des Rohlings hergestellt. Reamer mit dreieckigem Querschnitt verfügen über eine bessere Schneidleistung und sind flexibler als Vierkantinstrumente, was jedoch auch ihre Bruchsicherheit herabsetzt (Webber, 1980). Der Winkel zwischen Schneidekante und Instrumentenlängsachse legt die Arbeitsbewegung fest, bei welcher das Instrument am effektivsten Material aus dem Wurzelkanal entfernen kann (Hoppe & Heinsen, 1983). Reamer besitzen einen Schneidekantenwinkel von 10-30°, sodass sich die drehend schabende Arbeitsweise als die Effizienteste ergibt. Je nach Instrumentenstärke weisen sie 8-16 Schneiden auf. Sie werden zur Aufbereitung gerader Kanäle genutzt, da sie bei gebogenen Wurzelkanälen die Tendenz besitzen, im apikalen Bereich den Kanalverlauf zu begradigen.

Auch K-Feilen werden durch Verdrillung aus dreieckigen oder viereckigen Rohlingen hergestellt. Da K-Feilen stärker verdrillt werden als Reamer, besitzen sie 24-36 Schneiden. Ihr Schneidekantenwinkel beträgt 25-40°, woraus sich auch bei ihnen eine drehend-schabende Arbeitsweise ergibt (Hellwig, et. al., 1999). In der Literatur wird auch die feilende Arbeitsweise beschrieben, welche allerdings einen weniger effektiven Materialabtrag gewährleistet (Tepel et. al., 1995).

Hedströmfeilen sind grundlegend anders aufgebaut. Sie entstehen durch spiralförmige Umfräsung der Rohlinge. Die entstandene Spirale sieht wie aneinandergereihte Kegel aus, verjüngt sich zur Spitze und besitzt 14-31 Schneiden. Neben dem kleineren Kerndurchmesser ist die Art der Herstellung von Hedströmfeilen der Hauptgrund für ihr erhöhtes Frakturrisiko gegenüber Reamern und K-Feilen (Schäfer, 1995a; Platzer & Sedelmeyer, 1993). Wegen des hohen Frakturrisikos sind Hedströmfeilen zur Aufbereitung von engen gebogenen Kanälen nicht geeignet (Schäfer, 1995b). Da Hedströmfeilen einen Schneidekantenwinkel von 60-65° besitzen, sind sie in linear feilender Arbeitsweise anzuwenden (Klimm, 2003). Der Spanraum gilt als Maß für die Abtragsleistung und die Fähigkeit eines Instrumentes, Material aus dem Kanal herauszubefördern. Bei kleinerem Kerndurchmesser nimmt die Größe des

Spanraumes zu. Hedströmfeilen weisen einen vergleichsweise großen Spanraum auf, weshalb sie sehr effizient arbeiten (Schäfer et. al., 1994). Außerdem besitzen sie sehr scharfe Schneidekanten. Daher sind sie bei der empfohlenen feilenden Arbeitsweise deutlich effektiver als K-Feilen oder Reamer (Weine, 1996).

2.3.2. Neue Wurzelkanalinstrumente

Viele Studien zeigen, dass die Instrumente zur Aufbereitung gekrümmter Kanäle sehr flexibel sein müssen, da ansonsten die ursprüngliche Kanalanatomie bei der Aufbereitung nicht eingehalten werden kann (Calhoun & Montgomery, 1988; Cimis et. al. 1988, Schäfer et. al., 1993). Deshalb wurden flexible Edelstahlinstrumente entwickelt. Etliche Untersuchungen belegen, dass die flexiblen Edelstahlinstrumente eine deutliche Verbesserung gegenüber den konventionellen Edelstahlinstrumenten darstellen (Al-Omari et. al., 1992). Die Aufbereitung des gekrümmten Kanalabschnitts ist mit ihnen besser möglich als mit herkömmlichen Edelstahlinstrumenten (Schäfer et. al., 1993).

Die Arbeitsteillänge eines Wurzelkanalaufbereitungsinstrumentes beträgt nach der ISO-Norm 16 mm. Es sind jedoch auch Instrumente mit einem verkürzten Arbeitsteil von 1 - 5 mm Länge auf dem Markt erhältlich (Massa et. al., 1992; Schäfer, 1996). Zudem existieren sowohl Edelstahl- als auch NiTi-Instrumente, welche über nichtschneidende Batt-Spitzen verfügen, die für den Einsatz in stark gekrümmten Kanälen konzipiert wurden (Tepel, 200). Es sind zahlreiche Instrumente im Handel, die in Größe oder Durchmesser von der ISO-Norm abweichen. Einige Zeit waren Hedströmfeilen erhältlich, welche auf einer Seite abgeflachte Schneiden aufwiesen (Safety-Hedström, Kerr). Die abgeflachte Seite sollte beim Instrumentieren gekrümmter Kanäle den Materialabtrag an der Innenseite der Krümmung verhindern. Dadurch sollten Begradigungen und Perforationen im gekrümmten Wurzelkanalanteil vermieden werden (Klimm, 2003). Sogenannte Unifiles werden durch Einschleifen von zwei bis drei spiralförmig umlaufenden Schneidekanten aus Rundstahlrohlingen hergestellt. Sie besitzen sowohl Eigenschaften eines Reamers, als auch die einer Feile (Schäfer, 1995b).

In den letzten vier Jahrzehnten sind die Eigenschaften von endodontischen Instrumenten in zahlreichen Untersuchungen studiert worden. Die Suche nach dem idealen Aufbereitungsinstrument mit hervorragender Stabilität, Schneidleistung und Frakturresistenz unter Wahrung der Flexibilität dauert jedoch an (Bramipour et. al., 2001).

2.3.3. Materialien der Wurzelkanalinstrumente

Vor 1960 wurde Kohlenstoffstahl zur Herstellung von Handinstrumenten eingesetzt. Diese Legierungen bestanden aus ca. 98 m% Eisen, 1,2 m% Kohlenstoff, 0,4 m% Silizium und 0,2 m% Magnesium (Barrs et. al., 1998). Da diese Art von Stahl eher steif und spröde sowie korrosionsanfällig war, suchte man nach anderen Möglichkeiten.

Ab den sechziger Jahren gewannen die Edelstahlinstrumente an Bedeutung, da sie sich als flexibler und weniger spröde erwiesen (Bahcall & Barss, 2000). Sie setzen sich aus ca 72 m% Eisen, 18 m% Chrom, 8 m% Nickel, 0,07 - 0,15 m% Kohlenstoff und Spuren von Silizium, Mangan, Schwefel und Phosphor zusammen (Aten et. al., 1994). Neben den herkömmlichen Edelstahlinstrumenten aus Chrom-Nickel-Edelstahl existieren auch flexible Instrumente aus Edelstahl, die über ein geringeres Biegemoment verfügen.

In den späten achtziger Jahren kamen die Nickel-Titan-Instrumente auf den Markt. Dieser Werkstoff wurde in der Zahnmedizin erstmals bei kieferorthopädischen Drähten eingesetzt (Walia et. al., 1988). Die häufig verwendete 55-Nitinol-Legierung setzt sich aus 55 m% Nickel und 45 m% Titan zusammen. Nickel-Titan-Instrumente verfügen über das geringste Biegemoment aller Wurzelkanalinstrumente. Es beträgt nur die Hälfte bis ein Sechstel des Biegemomentes der konventionellen Edelstahlinstrumente (Tepel et. al., 1995, Haïkel et. al., 1998). Nickel-Titan-Instrumente weisen eine Superelastizität auf und verfügen über den sogenannten memory effect, da es sich um eine Formgedächtnislegierung handelt. Sie kehren auch nach hoher Dehnung in ihre ursprüngliche Form zurück (Haïkel et. al., 1998). Allerdings ist die Schneidleistung dieser Instrumente geringer als die der Edelstahlfeilen, und nimmt nach einmaliger Sterilisation bereits signifikant ab (Schäfer, 1995a).

Wegen der komplexen und schwierigen Bearbeitbarkeit des Werkstoffes Nickel-Titan sind diese Instrumente deutlich teurer als Edelstahlinstrumente (Schäfer, 1998).

1994 wurden erstmals Instrumente aus Titan-Aluminiumlegierungen auf dem Markt angeboten (Microtitane). Sie enthalten ca. 95 m% Titan und 5 m% Aluminium (Schäfer, 1995c). Ihr Biegemoment liegt zwischen den Instrumenten aus flexiblem Edelstahl und denen aus Nickel-Titan (Tepel et. al., 1995). In Bezug auf ihre Schneidleistung und der Aufbereitung gekrümmter Kanalabschnitte sind sie jedoch den flexiblen Edelstahlinstrumenten unterlegen (Schäfer, 1995c).

2.4. Spülflüssigkeiten

Um Dentinspäne, Zelltrümmer und Pulparesten aus dem Wurzelkanal zu entfernen, sind während der Aufbereitung häufige Spülungen des Kanals erforderlich. Die Gefahr der Bildung eines Pfropfes im apikalen Bereich des Kanals kann durch häufige Spülungen minimiert werden. Feinman und Goldstein konnten nachweisen, dass durch Instrumentierung und Spülung der Kanäle die Bakterienanzahl im Wurzelkanal deutlich reduziert werden kann (Feinman & Goldstein, 1988). Da allein mit Aufbereitungsinstrumenten nicht alle Bereiche des Kanalsystems vollständig erreichbar sind, ist bei jeder Wurzelkanalbehandlung eine Kombination aus Instrumentierung und Spülung angezeigt (Weine, 1996). Die Spülflüssigkeit muss über bestimmte Eigenschaften verfügen, um sie in der Endodontie einsetzen zu können. Einige dieser Eigenschaften sind beispielsweise die gute Penetration des Kanalsystems, Bakterizidie, Nekrolyse und Gewebeverträglichkeit. Auf dem Markt werden zahlreiche Lösungen, wie z.B. Natriumhypochlorid, Wasserstoffperoxid, Zitronensäure, Chlorhexidin, Chelatoren und Äthylalkohol angeboten. Trotz des großen Angebots an Spülflüssigkeiten existieren nur wenige Lösungen, die den Anforderungen genügen (DGZMK, 02/2004).

Da Mikroorganismen die Hauptverursacher endodontischer Erkrankungen sind, ist es essentiell für den Erfolg einer endodontischen Behandlung,

mikrobiologische Kontrolle und Asepsis zu erreichen (Hurrt & Rossman, 1996). Daher sind Spüllösungen für die chemomechanische Wurzelkanalaufbereitung unbedingt nötig, doch die elektrochemische Aggressivität einiger dieser Lösungen kann Korrosionsprozesse begünstigen (Öztan et. al., 2002). Korrosion verursacht Lochfraß und Porositäten an den metallischen Oberflächen sowie eine reduzierte Schneidleistung (Stokes et. al., 1999).

2.4.1. Natriumhypochlorid

Die medizinische Nutzung von Natriumhypochlorid begann während des ersten Weltkrieges. Man ließ die Lösung in die Wunden der Soldaten tropfen. Dadurch wurden die Wunden gereinigt, nekrotisches Gewebe aufgelöst und Bakterien bekämpft. Wenig später wurde Natriumhypochlorid in der Endodontie verwendet und es ist aufgrund seiner hervorragenden Eigenschaften auch heute noch das weltweit am häufigsten benutzte Spülmittel (Tronstad, 1991). Es vermag nekrotisches Gewebe aufzulösen und wird in 1,0 bis 5,25 %iger Lösung in der Endodontie eingesetzt. Auch vitales Pulpagewebe und Prädentin können durch NaOCl-Spülung aufgelöst werden (Rosenfeld et. al., 1978). Wegen seiner starken antimikrobiellen Wirkung sowie seiner Fähigkeit nekrotisches Gewebe aufzulösen, ist es relativ gut für die Endodontie geeignet. Gelangt die Lösung über den Apex des Wurzelkanals hinaus in das umgebende vitale Gewebe, kann dies jedoch schwere toxische Reaktionen bewirken. Die stark basische Lösung verursacht unter anderem eine Oxidation der Proteine des vitalen Gewebes und kann zu Hämolyse, Hautulzerationen, Nekrosen, Ödemen, Ekchymosen und reversiblen Par- sowie Anästhesien führen (Hülsmann & Hahn, 2000). In den geschilderten Fällen verspürten die Patienten zunächst einen plötzlichen starken Schmerz, gefolgt von einer Ödembildung im benachbarten Weichgewebe. Weitere Symptome traten innerhalb der nächsten Stunden und Tage auf (Torabinejad & Lemon, 1996; Hülsmann & Denden, 1997; Hülsmann & Hahn, 2000; Witton & Brennan, 2005). Die meisten dieser Fälle entwickelten sich aufgrund von Behandlungsfehlern, wie der inkorrekten Ermittlung der endodontischen Arbeitslänge, der iatrogenen Ausweitung des Foramen apicale, lateralen Perforationen des Wurzelkanals sowie forciertem

Druck während des Spritzens der Lösung in den Kanal (Hülsmann & Hahn, 2000).

NaOCl sollte lichtgeschützt gelagert werden, um die Beständigkeit der Lösung zu garantieren (IZA, 2000). Darabara et. al. wiesen in einer Studie darauf hin, dass sich NaOCl-Lösungen nach längerer Lagerung zersetzen können, was die Reaktivität der Lösung deutlich erhöhe (Darabara et. al., 2004).

Bereits in den sechziger Jahren wurde der Effekt von Wurzelkanalspüllösungen auf die Aufbereitungsinstrumente untersucht. Schnell wurde festgestellt, dass Instrumente aus Kohlenstoff-Stahl unter Einwirkung von Natriumhypochlorid korrodieren (Gutierrez et. al., 1969; Stenman, 1977).

Eichner et.al. untersuchten zusätzlich Edelstahlinstrumente und fanden heraus, dass diese nach zehnminütigem Kontakt mit 1 bzw. 5%iger NaOCL-Lösung und Rinderkollagen keine sichtbaren Korrosionszeichen aufwiesen. Nach Meinung der Autoren sollte bei der Auswahl des endodontischen Instrumentariums nicht nur die Arbeitsweise des Instrumentes eine Rolle spielen. Zusätzlich sollte die Reaktivität des Metalles unter den vorliegenden Arbeitsbedingungen bekannt sein (Eichner et. al., 1976).

Oliet et. al. setzten Kohlenstoff- und Edelstahlfeilen 5 min bis zu mehrere Tage einer 5 % iger NaOCl-Lösung aus, welche mit zerkleinertem humanen Zahnmateri al angereichert war. Während die Instrumente aus Kohlenstoffstahl deutliche Zeichen von Korrosion zeigten, korrodierten die Edelstahlinstrumente nicht. Lediglich zwei Edelstahlinstrumente zeigten in kleinen lokalisierten Bereichen Korrosionszeichen, welche die Autoren auf Inhomogenitäten im Edelstahl zurückführten (Oliet & Sorin, 1978). Allerdings zeigten andere Studien, dass Edelstahlinstrumente unter Einwirkung von NaOCl-Lösung durchaus korrodieren können (Aten, 1993; Barrs et. al., 1998).

2.4.2. Chlorhexidin

Auch Chlorhexidin wird bereits seit einigen Jahrzehnten in 0,1 bis 2 % iger Konzentration als Wurzelkanalspüllösung verwendet. Hervorzuheben ist die stark antimikrobielle Wirkung des Chlorhexidins, welche in einigen Studien die des Natriumhypochlorids deutlich übersteigt (Jeansonne & White, 1994;

Klimm et. al., 2001). Da CHX im Wurzelkanal ein Depot bilden kann, ist seine antimikrobielle Wirkung bis zu einer Woche aktiv (Parsons et. al., 1980).

Aufgrund dieser Eigenschaft ist es zudem als Zusatz von medikamentösen Zwischeneinlagen geeignet (Komorowski et. al., 2000). Allerdings hat Chlorhexidin keinen gewebssauflösenden Effekt und es ist eher als Zusatzspülung zu verstehen (DGZMK, 02/2004).

2.4.3. Chelatoren

Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) ist der am häufigsten gebrauchte organische Chelator. Es wird in Konzentrationen von bis zu 15% zur Entfernung der entstandenen Schmierschicht aus Dentin, Pulparesten und Bakterien genutzt. Dabei entwickelt es eine eher mäßige antimikrobielle Wirkung. Daher wird ein Nachspülen mit NaOCl-Lösung empfohlen (DGZMK, 02/2004; Hülsmann et.al., 2003).

2.5. Reinigung der Wurzelkanalinstrumente

Nach der erfolgten Wurzelkanalbehandlung sind die verwendeten Instrumente stets mit organischen und anorganischen Belägen verschmutzt. Diese kontaminierten Instrumente können bei weiterer Benutzung einen anderen Patienten mit den an ihnen haftenden Bakterien infizieren (Gurevich et. al., 1996). Der sicherste Weg, eine Infektion anderer Patienten auszuschließen, wäre die sofortige Entsorgung aller benutzten Wurzelkanalinstrumente. Da dies jedoch einen erheblichen finanziellen Mehraufwand bedeutet, werden die Instrumente in einem Großteil der Zahnarztpraxen nach ihrer Reinigung und Sterilisation erneut benutzt (Aasim et. al., 2006). Die American Dental Association empfiehlt, dass die Instrumente vor der Sterilisation mechanisch gereinigt werden, um anhaftende Schmutzpartikel zu entfernen (ADA, 1996). Die Reinigung im Ultraschallbad wird dafür besonders befürwortet, da die direkte Berührung der verschmutzten Instrumente hier nicht nötig ist und so

Verletzungen vermieden werden können. Außerdem liefert das Ultraschallbad bessere Ergebnisse als andere Reinigungstechniken (Murgel et. al., 1990; Cafruny et. al, 1995; Filho et. al., 2001). Johnson et. al. und Aasim et. al. gelangten zu dem Ergebnis, dass eine zusätzliche Einwirkzeit von enzymatischen Lösungen vor dem Ultraschallbad keinen signifikanten Einfluss auf die Sauberkeit der Feilen hatte (Johnson et. al., 1997; Aasim et. al., 2006). Instrumente, die ausschließlich der Sterilisation unterzogen und nicht ultraschallgereinigt wurden, zeigten jedoch eine deutlich höhere Verschmutzung. Wurzelkanalinstrumente, welche 10 Minuten im Ultraschallbad verweilten, waren signifikant sauberer als die Instrumente, welche für kürzere Zeit im Bad gelegen hatten. Eine längere Verweildauer der Instrumente im Ultraschallbad von bis zu einer Stunde führte dagegen zu keiner weiteren Verbesserung. Die Lagerung im Ultraschallbad für 10 Minuten wird aus diesem Grunde von Aasim et. al. empfohlen (Aasim et. al., 2006). Aufgrund dieser Studien wurden die Hedströmfeilen der vorliegenden Untersuchung 10 Minuten im Ultraschallbad gereinigt und anschließend 10 Minuten bei 134 °C sterilisiert. Da endodontische Instrumente nach ihrem Gebrauch stets sterilisiert werden müssen, wurde in einigen Studien auch der Einfluss von Desinfektionslösungen und Sterilisationsmethoden auf die Aufbereitungsinstrumente untersucht. Edelstahlinstrumente zeigten nach der Sterilisation im Autoclaven eine leichte Reduktion ihrer Schneidleistung. Auch nach der Einwirkung von NaOCl- und EDTA-Lösungen reduzierte sich die Schneidleistung der Edelstahlinstrumente. (Neal et. al., 1983). Ein gutes Jahrzehnt später belegten Haïkel et. al., dass u.a. die Behandlung mit NaOCl-Lösung eine signifikante Reduktion der Schneidleistung der verwendeten Feilenmarken bewirkten (Haïkel et. al., 1996). Deshalb sollten die Instrumente sofort nach ihrem Gebrauch von Resten der Spüllösung gereinigt werden.

2.6. Korrosion

2.6.1. Definition des Begriffes Korrosion

Das Wort Korrosion hat seinen Ursprung im lateinischen Verb „corrodere“ und bedeutet übersetzt zernagen oder zerfressen. Bereits Plato (427-347 v. Chr.) beobachtete, dass eisenhaltige Metalle Rost ausbilden können. Er bezeichnete Rost als das Erdige, welches sich aus Metall ausscheidet. Im Jahre 1667 wurde in der Fachzeitschrift „Philosophical Transactions“ der Begriff Korrosion das erste Mal veröffentlicht (Fonds der Chem. Industrie, 1994). Erst ein Jahrhundert später begann man jedoch zu verstehen, dass bei der Korrosion chemische Reaktionen stattfinden. Der Physiker und Universalgelehrte Johann Wilhelm Ritter stellte im Jahre 1799 eine Theorie über die Korrosionsvorgänge an Metallen auf, welche in ihren Grundzügen noch heute gültig ist (Richter, 2003). Unter Korrosion versteht man heute im Allgemeinen die Veränderung eines Werkstückes durch Einflüsse aus der Umgebung. Dabei verändert sich am Angriffsort der Korrosion die Struktur und Zusammensetzung des Werkstückes und es werden Korrosionsprodukte gebildet (Holze, 1998).

Nach DIN 50900, 1.1. ruft Korrosion eine messbare Veränderung des Werkstoffes hervor, was zu einer Beeinträchtigung der Funktion des Werkstoffes führt (Meckelburg, 1990). Meist ist die Korrosionsreaktion elektrochemischer Natur, es können jedoch in seltenen Fällen auch chemische (nichtelektrische) und metallphysikalische Korrosionsreaktionen auftreten (Beneke, 2000).

Korrosion darf nicht mit mechanischem Verschleiß verwechselt werden. Während beim Verschleiß die Beschädigung der Werkstoffoberfläche allein durch den mechanischen Abrieb von Partikeln zustande kommt, handelt es sich bei der Korrosion grundsätzlich um einen chemischen Vorgang (Kaesche, 1990). In erster Linie sind metallische Werkstoffe von Korrosion betroffen. Es können jedoch auch nichtmetallische Werkstoffe unter dem Einfluss eines Mediums geschädigt werden, also korrodieren. Der Werkstoff und das umgebende Medium bilden ein sogenanntes offenes Korrosionssystem, in welchem der Stoff- und Energieaustausch mit der Umgebung so lange andauert, bis das System einen energetisch stabilen Zustand erreicht hat.

Dieser stabile Zustand wird elektrochemisches Gleichgewicht genannt.

Korrosionsreaktionen finden stets an der Phasengrenze zwischen dem Werkstoff und dem umgebenden Medium statt. Dabei stellt der Werkstoff die feste Phase dar, während das Medium fest, flüssig oder gasförmig sein kann. Einfluss auf die Korrosion nehmen z.B. Temperatur, Druck, Potential, Zeit, Konzentration und pH-Wert des umgebenden Mediums sowie der Werkstoffverbund, Legierungsgrenzen, Korngrenzen und Inhomogenitäten des Werkstoffes (Tostmann, 2001).

Korrosionsreaktionen sind Redoxreaktionen, d.h. es werden Elektronen zwischen den Reaktionspartnern übertragen. Bei der Korrosion von Eisen in Anwesenheit von Wasser und Sauerstoff laufen hauptsächlich elektrochemische Vorgänge ab. In einem Bereich der Oberfläche (Anode) oxidiert Eisen zu Fe^{2+} -Ionen, an anderer Stelle wird Sauerstoff unter Bildung von OH^- -Ionen reduziert (Kathode). Die Elektronen können durch das Eisen von der Anode zur Kathode fließen. Die entstandenen Ionen bewegen sich durch das Wasser und bilden, wenn sie sich begegnen instabiles $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Das Eisen(II)-hydroxid zerfällt und oxidiert zu $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$. Diese Verbindung ist das allgemein bekannteste Korrosionsprodukt und wird Rost genannt (Mortimer, 2003).

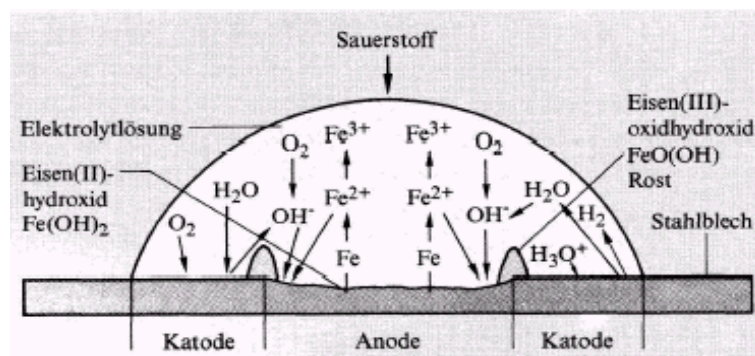


Abb. 1: Entstehung von Rost an Eisenwerkstoffen
(aus Felber et. al. 1995, S. 166)

2.6.2. Die Elektrochemische Spannungsreihe

Wenn ein Metallstab in eine geeignete wässrige Elektrolytlösung getaucht wird, gehen einzelne Metallionen in Lösung. Unter einer Elektrolytlösung versteht man ein elektronenleitendes Medium, wie z.B. eine wässrige Lösung. Elektrolytlösungen enthalten bewegliche hydratisierte Ionen und leiten daher den elektrischen Strom (Felber et. al., 1995). Zwischen dem Metallstab und der Elektrolytlösung bildet sich eine Potentialdifferenz, das sogenannte Elektrodenpotential, aus. Es wird in Volt angegeben. Die Größe des Elektrodenpotentials wird durch die Art des Metalls und des Lösungsmittels, Temperatur, Druck und die Konzentration der Ionen in der Lösung bestimmt. Diese Art der Anordnung wird als Halbelement bezeichnet. Das Potential eines einzelnen Halbelementes ist nicht messbar. Verbindet man zwei Halbelemente leitend miteinander, so kann man die Differenz der Potentiale zwischen den beiden Halbelementen messen. Die Verbindung zweier Halbelemente wird galvanisches Element oder galvanische Zelle genannt (Gutmann & Hengge, 1990). Die ablaufenden Reaktionen sind elektronenübertragende Reaktionen, sogenannte Redoxreaktionen. Am unedleren Metall werden Elektronen abgegeben, d.h. es findet eine Oxidation statt. Das edlere Metall nimmt Elektronen auf, dort findet die Reduktion statt (Barthel et. al, 1995).

Auch die Normalwasserstoff-Elektrode stellt ein Halbelement dar. Sie besteht aus einer Platinelektrode, die von Wasserstoff umspült wird und unter einem definierten Druck und festgelegter Temperatur in eine standardisierte saure Lösung taucht. Ihr ist willkürlich das Einzelpotential null zugeordnet worden (Sommer, 1996). Durch Messung eines bestimmten Halbelementes gegen die Normalwasserstoff-Elektrode bei 25 °C kann das Normalpotential dieses Metalls ermittelt werden. Alle Metalle, die eine weniger reduzierende Wirkung als Wasserstoff haben, werden als unedel bezeichnet und mit einem negativen Vorzeichen versehen. Metalle mit einer stärker reduzierenden Wirkung als Wasserstoff haben positive Vorzeichen. Daraus folgt, dass Metalle mit einem stark negativen Normalpotential besonders dazu tendieren, Elektronen abzugeben und sehr unedel sind. Ordnet man die Normalpotentiale für die jeweiligen Halbelemente von den negativen zu den positiven Werten, so erhält man die elektrochemische Spannungsreihe (Felber et. al., 1995).

Unter Zuhilfenahme der elektrochemischen Spannungsreihe können Aussagen über den Ablauf und die Richtung von Redoxreaktionen getätigt werden. Metalle mit einem hohen positiven Normalpotential sind edler und weniger korrosionsanfällig. Metalle mit negativem Standardpotential sind korrosionsanfälliger (Gutmann & Hengge, 1990; Mortimer, 2003).

2.6.3. Reaktionsarten

Die elektrochemische Korrosion kann nur ablaufen, wenn ein Medium mit elektrolytischer Leitfähigkeit vorhanden ist, welches die Auflösung des Metalls bewirkt. Während des Prozesses fließen galvanische Ströme. Dabei erfolgt die direkte Umwandlung von chemischer in elektrische Energie. Der überwiegende Anteil der Korrosionsreaktionen läuft nach diesem Muster ab (Hamann & Vielstich, 2005).

Bei der seltenen chemischen Korrosion fließen keine elektrischen Ströme. Die Redoxreaktion findet direkt zwischen den molekularen Stoffen statt.

Auch die metallphysikalische Korrosion ist möglich. Sie lässt sich meist der inneren Korrosion zuordnen (Tostmann, 2001).

2.6.4. Deckschichten auf Metallen

Mit der Ausbildung einer Deckschicht kann die Passivierung eines Metalls erfolgen. Bestimmte in Lösung gehende Metallionen können mit den Anionen des wässrigen Elektrolyten eine dünne Deckschicht aus Metalloxiden bilden, die das Metall von der Elektrolytlösung trennt. Dadurch kann Korrosion verringert oder sogar verhindert werden (Marxkors & Meiners, 2001). Ein Metall nennt man passiv, wenn unter den gegebenen Umständen eine hohe Korrosionsgeschwindigkeit vermutet wird, die Korrosion jedoch aufgrund der Ausbildung einer dichten dünnen oxidischen Deckschicht deutlich langsamer abläuft als erwartet. Dabei bildet sich die Deckschicht aus Korrosionsprodukten, die während des Korrosionsprozesses entstehen (Kaesche, 1990).

Metalle wie Aluminium, Chrom, Molybdän oder Titan können spontan Passivierungsschichten ausbilden. Mit dem Zusatz dieser Metalle in die verschiedensten Legierungen kann die Korrosionsbeständigkeit dieser Legierungen erhöht werden (Tostmann, 2001).

Während der früher in der Zahnmedizin verwendete Kohlenstoffstahl zu 98m% aus korrosionsanfälligem Eisen mit nur wenigen Zusätzen bestand, ist dem Edelstahl heutiger endodontischer Instrumente ein hoher Prozentsatz an Chrom zugesetzt, um seine Korrosionsbeständigkeit zu erhöhen (Barrs et. al., 1998; Bahcall & Barrs, 2000).

2.6.5. Korrosionselemente

Korrosion findet statt, wenn sich zwischen anodischen und kathodischen Flächen eine Potentialdifferenz ausbildet, und ein umgebendes Medium den kathodischen Prozess aufrecht erhält. Dabei entstehen verschiedene Arten von Korrosionselementen.

Beim Kontaktelement bestehen Anode und Kathode aus unterschiedlichen Metallen mit unterschiedlichen elektrochemischen Potentialen. Es wird auch galvanisches Element genannt. In Anwesenheit eines Elektrolyten wird das edlere Metall zur Kathode und das unedlere Metall zur Anode. Dabei geht hauptsächlich das unedlere Metall in Lösung. Je unterschiedlicher die Korrosionspotentiale der beiden Metalle sind, desto stärker wird das unedlere Metall angegriffen bzw. oxidiert (Meckelburg, 1990).

Konzentrationselemente bestehen aus nur einem Metall. Die Konzentration des umgebenden Mediums ist jedoch an Anode und Kathode unterschiedlich.

Auch Belüftungselemente sind Konzentrationselemente. Anode und Kathode entstehen durch unterschiedliche Belüftung, also unterschiedliche Sauerstoffkonzentrationen an verschiedenen Stellen der Werkstoffoberfläche (Beneke, 2000).

2.6.6. Erscheinungen der Korrosion

Grundsätzlich kann die flächenhafte Korrosion von der lokalisierten Korrosion unterschieden werden. Bei der gleichmäßigen flächenhaften Korrosion erfolgt ein ebener großflächiger Metallabtrag. Meist ist diese Erscheinung bei Werkstoffen im aktiven Zustand zu finden, welche keine passivierende Deckschicht besitzen. Ein derart gleichmäßiger Flächenabtrag existiert in der Praxis eher selten (Tostmann, 2001).

Örtliche Konzentrationsunterschiede des umgebenden Mediums können lokalisierte Korrosionsformen, wie Lochfraß, Mulden- und Spaltkorrosion, Kontaktkorrosion und selektive Korrosion zur Folge haben. Von Muldenfraß spricht man an korrodierten Oberflächen, deren Durchmesser größer ist als ihre Tiefe. Außerhalb der Mulde kann ein geringfügiger Flächenabtrag zu erkennen sein.

Lochfraß manifestiert sich als nadelstichtartige, unter sich gehende oder kraterförmige Ansammlung von Löchern, deren Tiefe meist größer ist als ihr Durchmesser. Außerhalb dieser Lochfraßgebiete ist kein Flächenabtrag feststellbar (Meckelburg, 1990). Die Abgrenzung zwischen Muldenkorrosion und Lochfraß ist in Grenzfällen nicht möglich. Lochfraß tritt ausschließlich an Metallen mit passivierter Oberfläche auf. An Fehl- und Störstellen der Passivierungsschicht nimmt die Lochkorrosion ihren Ausgang. Diese Fehlstellen können bereits während der Herstellung und Bearbeitung des Werkstückes entstanden sein oder aber als oberflächliche Verunreinigungen und Ablagerungen vorliegen. Besonders Chloridionen gelingt es durch die Passivierungsschicht hindurchzudringen und Lochkorrosion zu verursachen, indem sie den Ladungstransport beeinflussen. Potentiodynamische Versuche von Mueller zeigten, dass die Anwesenheit von Chloridionen Korrosionsprozesse beschleunigen kann, da Chlorid eine depassivierende Wirkung auf die passiven Metalloxidschichten ausübt. Die entstehenden Eisenchloride sind hochlöslich und können dadurch keine schützende Deckschicht ausbilden (Mueller, 1982).

Spaltkorrosion entsteht in Spalten des Werkstoffes, die Fertigungs- oder konstruktiv bedingt vorliegen. Es handelt sich dabei um eine örtlich beschleunigte Korrosion in Spalten. Da der Stoffaustausch zwischen dem Spalt

und der Werkstoffoberfläche behindert ist, kann kein Konzentrationsausgleich stattfinden und es bildet sich ein Konzentrationselement aus. Einfluss auf die Intensität der Spaltkorrosion nehmen auch die Tiefe und Höhe des Spaltes. Die sauerstoffarmen Spalten werden zur Anode, während die dem Sauerstoff ausgesetzte Metalloberfläche die Kathode bildet. Hauptverursacher der Spaltkorrosion bei Edelstählen sind abermals die Chloridionen des umgebenden Mediums (Tostmann, 2001). Einige zahnmedizinische Studien geben Hinweise darauf, dass Spaltkorrosion an Wurzelkanalinstrumenten aus Edelstahl z.B. im Bereich des Gummistoppers oder an Rissen auf der Feilenoberfläche ihren Ausgang nehmen kann (Barrs et. al., 1998; Zinelis & Margelos, 2002).

Kontaktkorrosion ist zu beobachten, wenn zwei metallische Werkstoffe mit unterschiedlichen elektrochemischen Potentialen unter Anwesenheit eines Elektrolyten leitend miteinander verbunden sind (Beneke, 2000). In der Zahnmedizin kann diese Situation auftreten, wenn zwei benachbarte Zähne mit Legierungen unterschiedlicher Zusammensetzung prothetisch versorgt sind (Marxkors & Meiners, 2001).

Selektive Korrosion tritt ausschließlich an mehrphasigen Legierungen auf. Bestimmte Gefügebestandteile, korngrenznahe Bereiche oder Legierungsbestandteile korrodieren dabei bevorzugt, während die edleren Legierungskomponenten als Gerüst zurückbleiben (Meckelburg, 1990; Beneke, 2000).

Oliet & Sorin beobachteten Korrosion an endodontischen Edelstahlinstrumenten, welche sie auf derartige Inhomogenitäten in der Edelstahllegierung zurückführten (Oliet & Sorin, 1978).

Während einige Studien verschiedene Korrosionserscheinungen an endodontischen Edelstahlfeilen schildern, existieren jedoch auch andere Studien, welche Lochfraß, Spaltkorrosion und andere Korrosionsarten bei Wurzelkanalinstrumenten aus Edelstahl für unwahrscheinlich halten (Eichner et. al., 1976; Eleazer, 1991; Darabara et. al, 2004).

2.6.7. Korrosion in Verbindung mit mechanischer Beanspruchung

Bei den bisher diskutierten Korrosionserscheinungen spielt die mechanische Belastung des Werkstoffes keine Rolle.

Zusätzliche mechanische Beanspruchung ruft spezielle Korrosionsarten hervor, denn die mechanische Belastung eines Werkstoffes hat einen großen Einfluss auf dessen Korrosionsanfälligkeit. Kontinuierliche statische und dynamische Zugspannungen können zu Rissbildung im Werkstoff und in Verbindung mit einem Korrosionsangriff zu Spannungsrisskorrosion führen. Auch Schwingungsriß-, Reibe- und Erosionskorrosion sind bei entsprechender mechanischer Beanspruchung möglich. Natürlich ist auch bei diesen Korrosionsformen ein umgebendes elektrolytisches Medium nötig, um Korrosion zu verursachen (Beneke, 2000; Tostmann, 2001).

Endodontische Feilen sind starken mechanischen Belastungen ausgesetzt. An dadurch entstandenen Rissen auf den Feilenoberflächen könnte Spaltkorrosion ihren Ausgang nehmen (Zinelis & Margelos, 2002).

2.6.8. Korrosionsschutz

Grundsätzlich ist die Unterscheidung in aktiven und passiven Korrosionsschutz sinnvoll. Aktiver Korrosionsschutz bezeichnet das chemische, elektrische oder elektrochemische Eingreifen in das Korrosionssystem. Beispiele hierfür sind die Entfernung korrosionsfördernder Stoffe aus dem Medium und der Einsatz von Inhibitoren. Inhibitoren legen sich auf die Metalloberfläche und verhindern so dessen Auflösung. Es kann zwischen physikalischen und chemischen Inhibitoren unterschieden werden. Sie sind bereits in sehr geringer Konzentration wirksam.

Im Rahmen des passiven Korrosionsschutzes werden Schichten auf die Werkstoffoberfläche aufgebracht, um sie vom Medium zu trennen. Es können metallische, nichtmetallisch-anorganische und organische Schichten aufgebracht werden (Meckelburg, 1990; Holze, 1998; Tostmann, 2001). Beispiele sind das Vergolden, Versilbern, Vernickeln und Verkupfern von Eisen. Diese Überzugsmetalle sind edler als das Eisen, da sie in der Spannungsreihe

rechts vom Eisen stehen. Wird diese Beschichtung verletzt, sind an dieser Stelle jedoch hohe Korrosionsraten in Form von Lochfraß die Folge. Unter bestimmten Bedingungen kann auch durch einen unedleren Überzug ein Korrosionsschutz gewährleistet werden. Ein Beispiel ist das Verzinken von Eisen, was man z.B. bei der Herstellung von Gartenzäunen nutzt. Ein unedler Überzug kann, auch wenn er Risse oder poröse Stellen aufweist, das Grundmetall weiterhin schützen, da dieser Überzug ein niedrigeres Auflösungspotential als das Grundmetall besitzt (Hamann & Vielstich, 2005).

In der Zahnmedizin macht man sich die Eigenschaft einiger Metalle zunutze, welche dazu neigen, Passivierungsschichten zu bilden. Durch Zugabe von z.B. Chrom oder Molybdän in Nichtedelmetalllegierungen werden auch diese Legierungen mund- und korrosionsbeständig (Marxkors & Meiners, 2001). Im Gegensatz zum korrosionsanfälligen Kohlenstoff-Stahl früherer Zeiten wird den Edelstahllegierungen heutiger endodontischer Instrumente 18m% Chrom zugesetzt, um sie vor Korrosion zu schützen (Bahcall & Barrs, 2000).

2.7. Arten von nichtrostenden Stählen

Der Begriff Edelstahl beinhaltet alle legierten Stähle ohne Berücksichtigung ihrer Korrosionsbeständigkeit. Nichtrostende Stähle sind an der Luft und in neutralem Wasser korrosionsbeständig. Zudem gibt es säurebeständige, hitzebeständige und hochwarmfeste Stähle. Die Einteilung der nichtrostenden Stähle erfolgt nach dem Gefügestand (Tostmann, 2001). Zahnmedizinische Wurzelkanalinstrumente aus Edelstahl bestehen vorwiegend aus austenitischem Stahl.

2.7.1. Austenitische Stähle

Als Austenit wird eine Modifikation des Eisens bei hoher Temperatur bezeichnet. Dabei liegt der Stahl in der Gamma-Phase vor. Durch Nickel-Mangan- oder Stickstoffzusätze kann die Austenitform auch bei niedrigen

Temperaturen stabilisiert werden. Sie gehören zu den am häufigsten verwendeten Stählen. Chrom-Nickel-Stähle mit ca. 18 % Chrom und 10 % Nickel sind typische austenitische Stähle. In chloridhaltigen Medien kann bei ihnen jedoch Spannungsrisskorrosion auftreten (Tostmann, 2001).

2.7.2. Ferritische Stähle

Ferritische Stähle können bei Erwärmung nicht mehr in die Gamma-Phase umgewandelt werden, sondern liegen nur in der Alpha-Phase vor. Dafür wird der Stahl mit Chrom, Molybdän, Titan und Silizium legiert. Ferritische Stähle enthalten 13 bis 30 % Chrom. Sie sind sehr zäh, weshalb bei ihnen keine Spannungsrisskorrosion auftreten kann. Außerdem sind sie preiswerter als austenitische Stähle (Beneke, 2000)

2.7.3. Austenitisch-Ferritische Stähle

Diese Stähle verbinden die hohe Beständigkeit ferritischer Stähle mit den positiven mechanischen Eigenschaften austenitischer Stähle. Sie besitzen einen höheren Chrom- und einen niedrigeren Nickelgehalt als austenitische Stähle und liegen deshalb gleichzeitig in der Alpha- und Gamma-Phase vor. Mit Hilfe von Wärme ist es möglich, eine definierte Gefügeverteilung zu erreichen und so die mechanischen Eigenschaften dieses Stahles gezielt zu beeinflussen (Beneke, 2000; Tostmann, 2001).

2.7.4. Martensitische Stähle

Als Martensit wird die feste instabile Lösung von Kohlenstoff in Alpha-Eisen bei schneller Abkühlung bezeichnet. Dazu muss es zunächst erhitzt werden, da die Gamma-Phase eine erhöhte Löslichkeit für Kohlenstoff besitzt. Die bei der Abkühlung entstehende Alpha-Phase ist somit stark mit Kohlenstoff übersättigt und deshalb bis zu 240 mal härter als reines Alpha-Eisen. Die Härte, Festigkeit

und die mechanischen Eigenschaften dieses Stahls lassen sich mittels Wärmebehandlung und Größe des Kohlenstoffanteils gezielt steuern (Beneke, 2000).

2.8. Untersuchungsmethoden

2.8.1. Potentiodynamische Messungen und Zyklovoltametrie

In elektrochemischen Messungen können Potentiale, Spannungen, Ströme und Ladungen ermittelt werden. Die in der experimentellen Elektrochemie angewandten Methoden können nach ihrer Stationarität unterteilt werden.

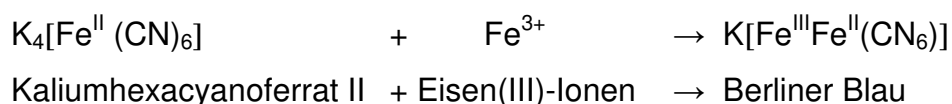
Bei einer stationären Methode wird nach Einstellung eines stabilen stationären Zustandes der Zusammenhang zwischen zwei experimentellen Größen (z.B. Elektrodenpotential und Strom) gemessen. Instationäre Methoden sind dadurch gekennzeichnet, dass ein stationärer Zustand durch die schnelle Veränderung einer experimentellen Größe gestört wird. Während der Einstellung des neuen stationären Zustandes werden dann geeignete Messgrößen registriert. Es ist jedoch auch möglich, dass die Einstellung eines neuen stationären Zustandes sehr schnell erfolgt und das System nahezu in einem stationären Zustand verbleibt. Diese Verfahren werden als quasistationär bezeichnet (Holze, 1998).

Die Zyklovoltametrie, auch Dreieckspannungsmethode genannt, gehört zu den quasistationären, oder potentiodynamischen Methoden. Dabei wird ein dreieckförmiger Potential-Zeit-Verlauf an der Arbeitselektrode vorgegeben und das resultierende Dreieckspannungsdiagramm (Strompotentialdiagramm) registriert (Kissinger & Heinemann, 1983). Der Versuchsaufbau besteht aus einem Potentiostaten, einem Computer und einer elektrochemischen Zelle (Van Benschoten et. al., 1983). Zur Durchführung von Potentialmessungen sind Bezugselektroden nötig. Hierzu werden oft Elektroden zweiter Art verwendet. Sie sind aus einer flüssigen und einer festen Phase aufgebaut. Metallionen aus der flüssigen Phase stehen mit dem schwerlöslichen Salz dieses Metalles (feste Phase) im Gleichgewicht. Als Beispiel sei die Kalomel-Elektrode genannt. Das

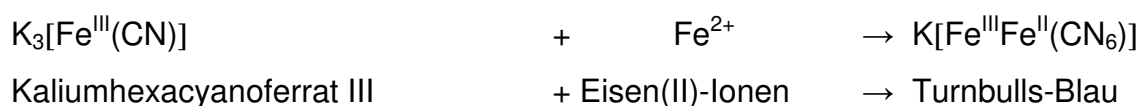
Elektrodenmaterial Quecksilber ist im Kontakt mit einer wässrigen Lösung eines Alkalihalogenides (z.B. NaCl). Es bildet sich das schwer lösliche Kalomel Hg_2Cl_2 als Bodenkörper aus (Holze, 1998). Wegen ihres simplen Aufbaus sowie der schnellen und reproduzierbaren Einstellung ihres Gleichgewichtspotentials werden sie häufig für Potentialmessungen genutzt (Hamann & Vielstich, 2005). Die Zyklovoltametrie ist ein praktisches Werkzeug um qualitative Informationen über Elektronen-Transfer-Reaktionen zu gewinnen. Potentiodynamische elektrochemische Methoden können Hinweise zur elektrochemischen Aktivität und damit zur Korrosionsstabilität von Werkstoffen erbringen (Mabott, 1983). In der Zahnmedizin wurde in früheren Studien bereits von der Zyklovoltametrie Gebrauch gemacht. Darabara et. al schlussfolgerten beispielsweise aus ihren potentiodynamischen Messungen, dass Edelstahl- und Nickel-Titan-Instrumente große Korrosionsstabilität in NaOCl- und EDTA-Lösung besitzen (Darabara et. al, 2004).

2.8.2. Turnbulls-Blau Test

Dieser Test wird angewandt, um die Bildung von Fe^{2+} und Fe^{3+} -Ionen sichtbar zu machen. Korrosionsanfällige Wurzelkanalinstrumente bilden in salzhaltiger Lösung diese Ionen. Zur Beobachtung dieses Prozesses können der Salzlösung Kaliumhexacyanoferrat II und III zugegeben werden, da diese Substanzen in Anwesenheit von Fe^{2+} bzw. Fe^{3+} einen intensiven blauen Niederschlag bilden. Dieser Niederschlag wird als Turnbulls-Blau bzw. Berliner Blau bezeichnet.



bzw.



Die intensive blaue Farbe entsteht durch die gleichzeitige Anwesenheit von zwei Wertigkeitsstufen eines Elements in ein und demselben komplexen Molekül. Genutzt werden diese Verbindungen hauptsächlich als blaue Malerfarbe und zur Herstellung von Tinten (Hollemann & Wiberg, 1985).

In der Zahnmedizin kann dieser Versuch als Schnelltest verwendet werden, um Anhaltspunkte für die Korrosionsanfälligkeit von endodontischen Edelstahlfeilen zu gewinnen.

2.8.3. Rasterelektronenmikroskopie

Im Jahre 1965 gelangte das erste Rasterelektronenmikroskop auf den Markt. Anfangs wurde sein Nutzen stark unterschätzt, doch schon bald gewann das Rasterelektronenmikroskop unter Biologen, Medizinern, Physikern, Geologen und anderen Wissenschaftlern immer mehr an Bedeutung (Flegler & Heckman, 1995). Während das Lichtmikroskop zur Erzeugung von vergrößerten Bildern Licht benötigt, werden in der Elektronenmikroskopie Elektronenstrahlen zur Bilderzeugung genutzt. Daher sind die entstehenden Bilder stets schwarzweiß. Es kann jedoch ein bis zu tausendfach höheres Auflösungsvermögen erreicht werden als bei einem Lichtmikroskop (Goldstein et. al., 1981).

Elektronenmikroskope werden in zwei Typen unterschieden, das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) und das Rasterelektronenmikroskop (REM). Sowohl beim TEM als auch beim Lichtmikroskop müssen die zu untersuchenden Proben ausreichend dünn sein, damit der Elektronen- oder Lichtstrahl sie durchdringen kann. Der Elektronenstrahl des REM muss zur Bilderzeugung die Probe nicht durchstrahlen, weshalb die Probe eine große Dicke aufweisen darf. Das REM verfügt über eine bis zu vierhundert Mal größere Schärfentiefe als ein Lichtmikroskop. Außerdem besitzt es einen sehr breiten Vergrößerungsbereich der von zehnfacher bis zu einhunderttausendfacher Vergrößerung reicht. Da zu untersuchende REM-Proben meist deutlich einfacher zu präparieren sind als TEM-Proben, stellt das REM für viele Forscher das Mittel der Wahl dar (Flegler & Heckman, 1995).

Zur Auswertung ihrer Studien an endodontischen Instrumenten haben sich

bereits einige zahnmedizinische Forscher des Rasterelektronenmikroskopes bedient (Eleazer, 1991; Aten, 1993; Barrs et. al., 1998; Zineli & Margelos, 2002).

2.8.4. Energiedispersive Röntgenanalyse

Zusätzlich zur Erzeugung eines Rasterelektronenmikroskopischen Bildes können auch die Elemente einer Probe qualitativ und quantitativ ermittelt werden. Wird die Energie der während der Messung erzeugten Röntgenstrahlung gemessen, so nennt man dies energiedispersive Spektroskopie (EDS bzw. EDX), bei Messung der Wellenlänge spricht man von der wellenlängendispersiven Spektroskopie (WDS). EDS-Systeme sind deutlich kostengünstiger und schneller als WDS-Systeme. Daher sind sie stärker verbreitet als die WDS-Messgeräte. Meist ist das EDS verbunden mit einem REM. Es kann aber auch an ein TEM angeschlossen werden (Flegler & Heckman, 1995). In der Zahnmedizin wird dieses Verfahren für die Untersuchung der Oberfläche von zahnmedizinischen Instrumenten benutzt (Barrs et. al., 1998; Zinelis & Margelos, 2002). Stokes et. al. untersuchten die Oberfläche endodontischer Feilen mittels REM und EDS, um zu beweisen, dass diese korrodierten (Stokes et al, 1999).

2.9. Statistische Auswertung der Ergebnisse

Zur statistischen Datenanalyse werden vielfach elektronische Programmsysteme wie das SPSS® (Statistical Package for the Social Sciences; SPSS® Inc., Chicago, USA) angewendet (Schulte et. al., 1998; Feely et. al., 2003; Whitworth et. al., 2000). Hiermit ist es sowohl möglich, deskriptive Statistiken wie z.B. die Häufigkeitsverteilung eines Aufbereitungsmerkmals zu beschreiben, als auch analytisch zu untersuchen, ob Mittelwertsunterschiede oder differierende Medianwerte zwischen Gruppen zufällig auftreten (Bühl & Zöfel, 2000).

Bei intervallskalierten Werten spielt es in der Statistik eine entscheidende Rolle, ob die Werte einer Normalverteilung folgen oder nicht. Danach richtet sich, welche statistischen Kennwerte (Mittelwert oder Medianwert) zu ihrer Beschreibung verwendet werden können (Zöfel, 2001). Die Verteilung kann optisch mit Hilfe eines Histogramms oder anhand von Kennwerten überprüft werden, die z.B. mit dem Kolmogorov-Smirnov-Test die Irrtumswahrscheinlichkeit für eine Gaußsche Verteilung angeben. Üblicherweise werden Aussagen, die mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit (p) von $\leq 0,05$ behaftet sind, als signifikant bezeichnet (Bühl & Zöfel, 2002). Liegt keine Normalverteilung vor, kann die weitere Auswertung mit dem nichtparametrischen U-Test nach Mann und Whitney erfolgen. Der parametrische T-Test wird angewendet, wenn eine Normalverteilung vorliegt (Harten et. al., 1993).

Bei der Auswertung der nominal bzw. ordinal skalierten Werte wird der Chi-Quadrat-Test angewendet. Bei dieser tabellarischen Darstellung können zugleich die beobachteten und die erwarteten Häufigkeiten für ein Merkmal ausgezählt werden. Ein signifikanter Unterschied zwischen beobachteter und erwarteter Häufigkeit liegt dann vor, wenn das errechnete standardisierte Residuum einen Wert ≥ 2 hat (Bühl & Zöfel, 2000).

3. Zielsetzung

In dieser Studie sollen manuelle Hedströmfeilen (ISO-Größe 25, 25mm Länge) vier verschiedener Hersteller unter klinisch orientierten Bedingungen in vitro getestet werden.

In verschiedenen Voruntersuchungen sollen:

- Je 18 Feilen von vier Herstellern einer elektrochemischen Analyse durch Strom-Spannungs-Messung (Zyklovoltametrie) unterzogen werden,
- sechs Feilen jedes Herstellers dem Turnbells-Blau-Test mit Kaliumhexacyanoferrat II, Kaliumhexacyanoferrat III und Natriumchlorid unterzogen werden und
- zwölf Feilen eines Herstellers vor und nach dem Durchlaufen mehrerer klinischer Belastungszyklen mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops befundet und beispielhaft fotografiert werden.

In der Hauptuntersuchung werden:

- 10 Feilen jedes Herstellers einem an die klinische Praxis angelehnten Belastungszyklus ausgesetzt.
Dieser umfasst eine mechanische Belastung im Zahn unter NaOCl-Einwirkung, Trocknung, kurze Aufbewahrung in NaOCl-Lösung, Desinfektion und Sterilisation.
- dem gleichen Belastungszyklus je 10 Feilen der vier Hersteller fünfmal unterzogen.
- je 10 Feilen der vier Hersteller als Vergleichsfeilen unbehandelt belassen.
- alle Feilen mit Hilfe des Raster-Elektronen-Mikroskops betrachtet.
- Einige repräsentative Feilen mittels energiedispersiver Röntgenanalyse untersucht.

Arbeitshypothesen:

Mit den im vorliegenden Versuchsdesign ermittelten Daten sollen folgende Nullhypothesen geprüft werden:

- Die untersuchten Hedström-Feilen (ISO 25, 25mm Länge) der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW unterscheiden sich bezüglich ihrer Korrosionsanfälligkeit:
 - im Turnbulls-Blau-Test
 - bei der zykovoltametrischen Untersuchung
 - bei der visuellen Betrachtung im REM
 - in der energiedispersiven Röntgenanalyse.

4. Material und Methoden

4.1. Versuchsdesign

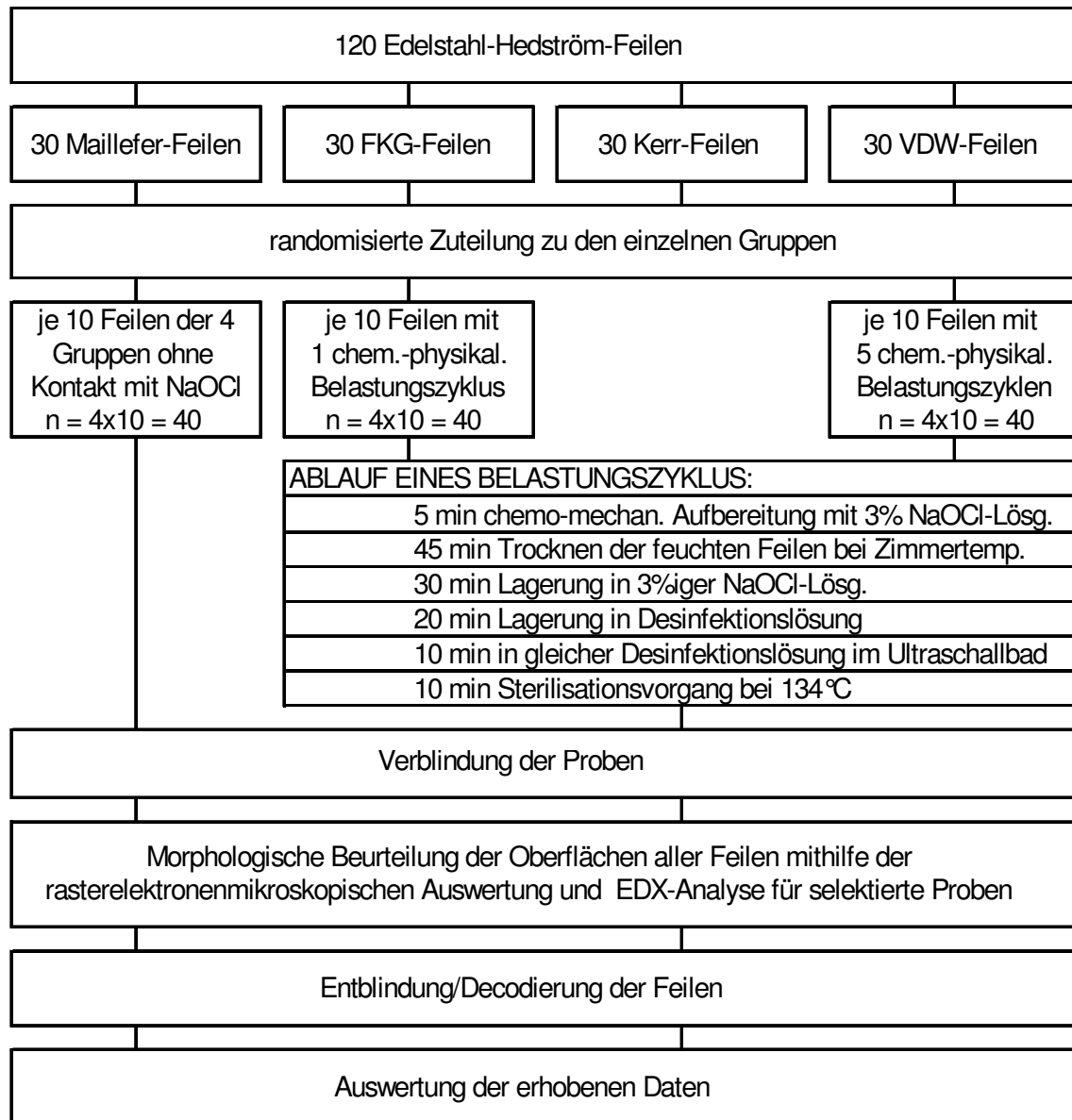


Abb. 2: Versuchsdesign Hauptuntersuchung

4.2. Voruntersuchungen

4.2.1. Zykovoltametrische Messungen

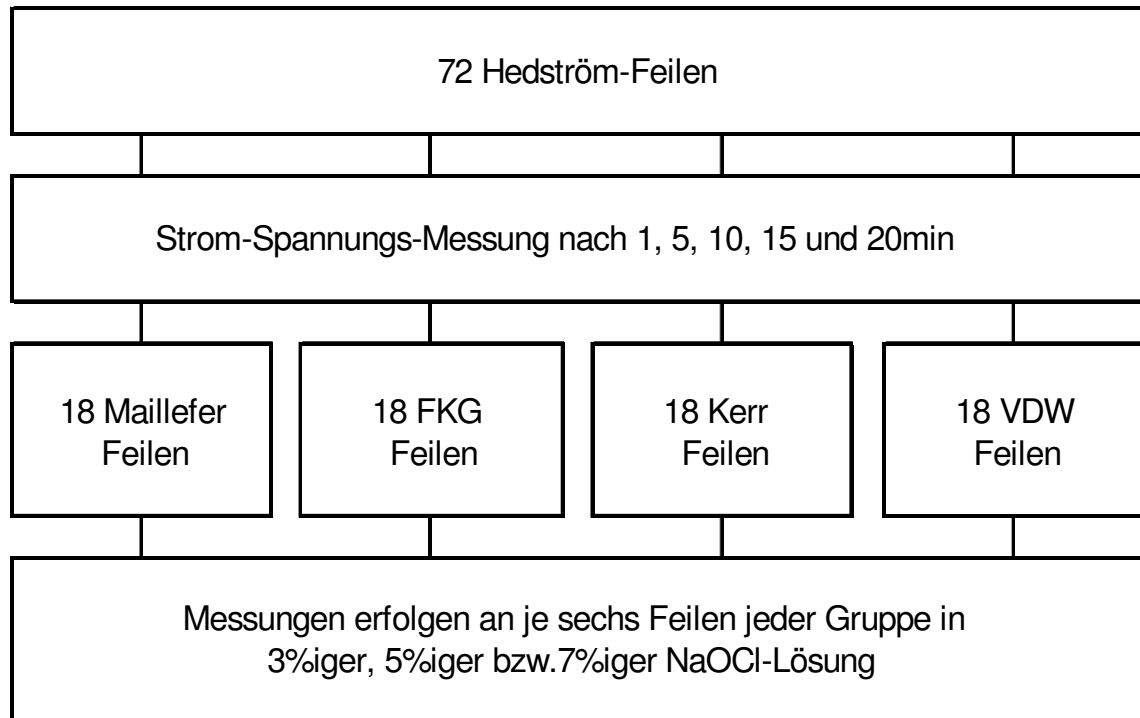


Abb. 3: Versuchsdesign Zykovoltametrie

Es wurden 18 Feilen jedes Herstellers untersucht. Je Hersteller wurden sechs Feilen einer 3%igen, 5%igen, und einer 7%igen Natriumhypochlorid-Lösungⁱ ausgesetzt. Die Natriumhypochloridlösung mit einem Volumen von 33,30ml diente als Elektrolytlösung, in die drei Elektroden hinein ragten, die Arbeitselektrode (Feile), die Referenzelektrode (Calomel-Elektrode) und die Gegenelektrode (Graphit-Elektrode). Mit einem Seitenschneider wurde der Plastikgriff der jeweiligen Feile entfernt, der Gummistopper auf 16mm gestellt und die Feile direkt oberhalb des Stoppers in den Elektrodenhalter der Arbeitselektrode mittels einer Schraube eingespannt. Danach wurde der Stopper entfernt, so dass nun jede Feile 13mm in die Elektrolytlösung eintauchte. Als Referenzelektrodeⁱⁱ diente eine Elektrode zweiter Art (Calomel-Elektrode), während eine Graphit-Elektrode die Gegenelektrodeⁱⁱⁱ darstellte. Das Gefäß mit der Elektrolytlösung befand sich in einem Wasserbad, das mittels

ⁱ hochgestellte Ziffern im Text verweisen auf eine Materialliste im Anhang.

Heizplatte^{iv} und Thermometer^v die Temperatur der Natriumhypochlorid-Lösung konstant bei 37°C (+/- 0,5°C) hielt. Alle drei Elektroden wurden an einen Potentiostaten^{vi} angeschlossen, welcher in bestimmten Zeitabständen eine Dreiecksspannung an die Arbeitselektrode (Feile) anlegte. Die Zeitmessung mittels Stoppuhr^{vii} startete mit dem Eintauchen des Arbeitsteils der Feile (Arbeitselektrode) in die Natriumhypochloridlösung. Nach einer, fünf, zehn, fünfzehn und zwanzig Minuten wurde die Dreiecksspannung angelegt und ein Strom-Spannungsdiagramm aufgezeichnet. Die Messung begann jeweils mit einem Initialpotential von 0,6 V und wurde bis zum 1.Umkehrpotential von 1,1 V gesteigert. Danach wurde die Spannung bis zum 2.Umkehrpotential von 0,5 V heruntergefahren und anschließend auf ein Endpotential von 0,6 V gebracht. In Abhängigkeit zu diesen Spannungsänderungen wurden die Veränderungen der Stromstärke registriert, so dass ein Strom-Spannungs-Diagramm entstand, welches mit Hilfe eines angeschlossenen Computers und spezieller Software^{viii} aufgezeichnet werden konnte.

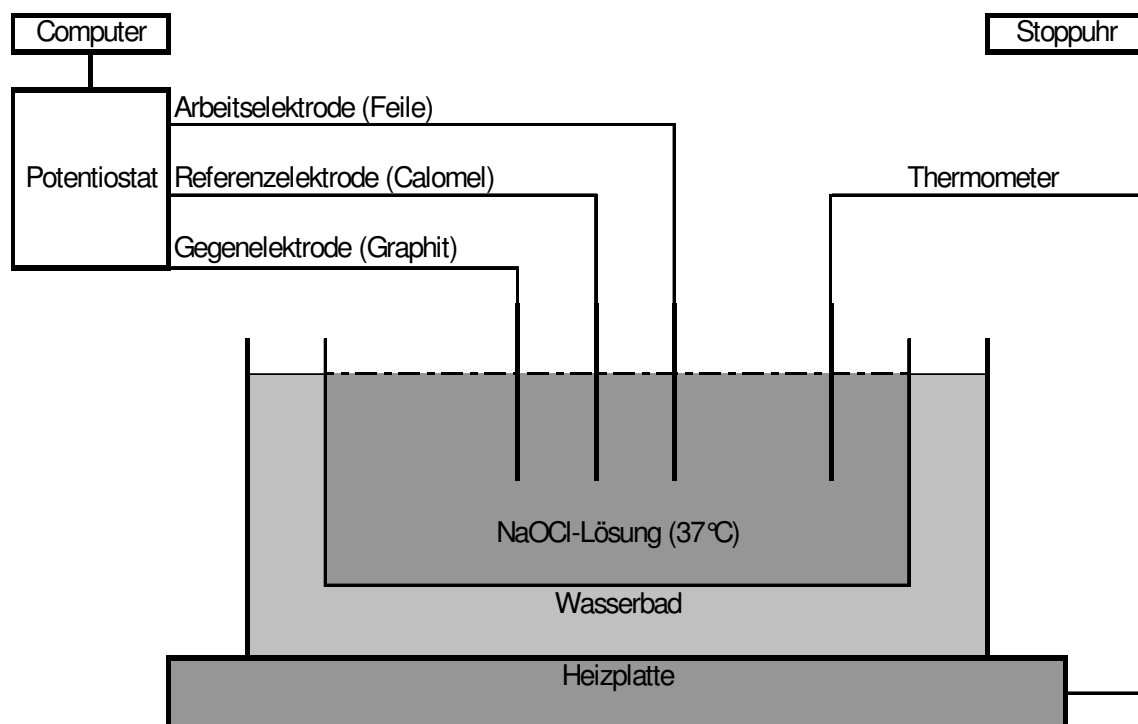


Abb. 4: Versuchsaufbau Zykelvoltametrie

4.2.2. Turnbulls-Blau Test

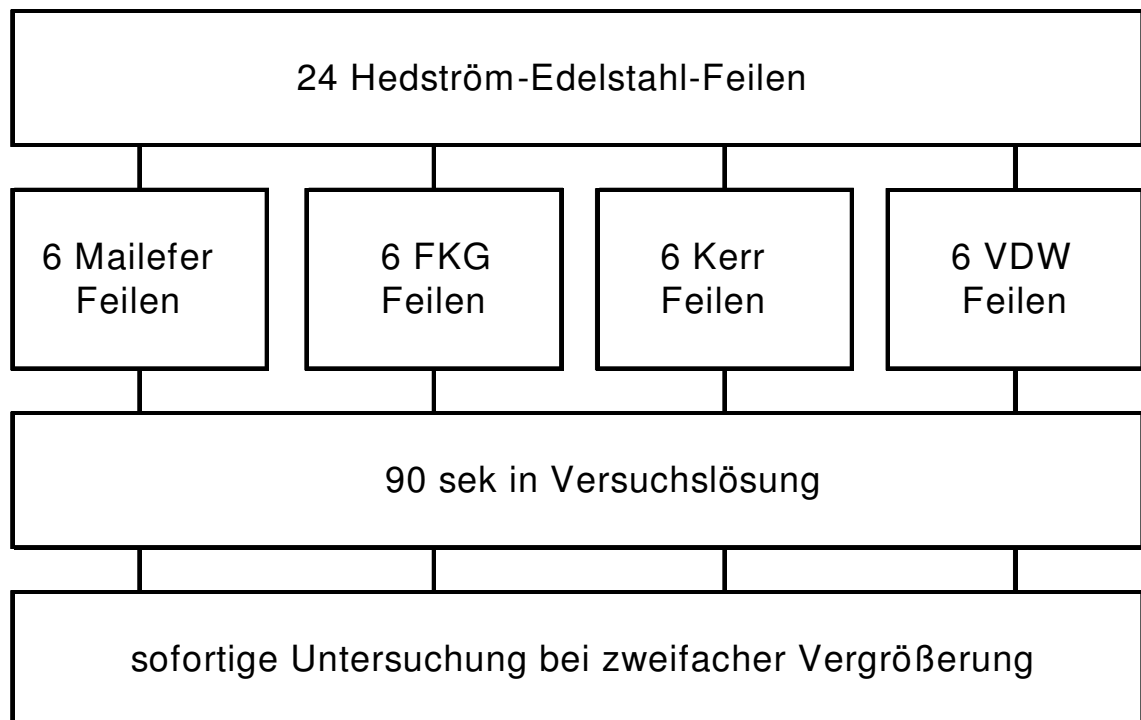


Abb. 5: Versuchsdesign Turnbulls-Blau Test

Zunächst wurden 1,5g Kaliumhexacyanoferrat II^{ix}, 1,5g Kaliumhexacyanoferrat III^x und 20g Natriumchlorid^{xi} abgewogen. Diese Substanzen wurden mit Hilfe einer Heizplatte mit integriertem Magnetrührer⁴ unter Erwärmung auf 40 °C in 100ml destilliertem Wasser gelöst. Nun wurde jeweils eine zu untersuchende Feile für 90 sek in die Versuchslösung gelegt.

Es bildeten sich an korrodierenden Stellen blaue Auflagerungen, die bei jeder Feile unmittelbar nach Ablauf der Lagerungsdauer unter Benutzung einer Lupenbrille^{xii} mit zweifacher Vergrößerung ausgezählt wurden. Ausgewertet wurde jeweils der mit Schneiden belegte Arbeitsteil von 16mm Länge.

4.2.3. REM-Untersuchung

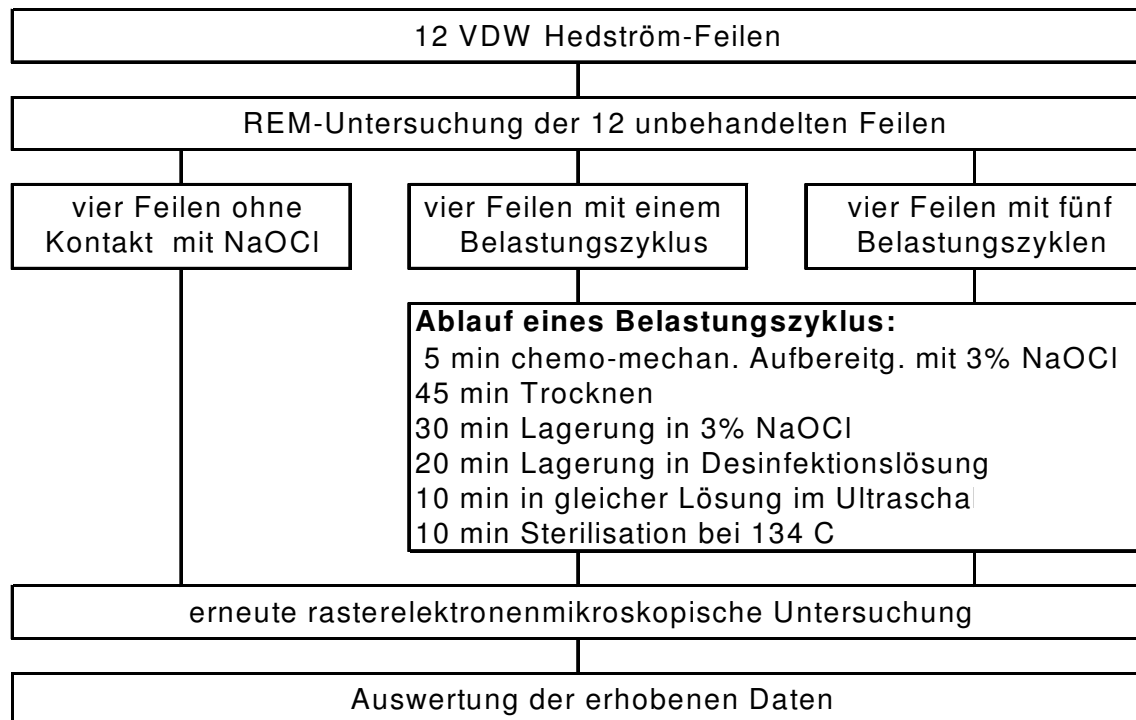


Abb. 6: Versuchsdesign Voruntersuchung

Die zwölf VDW Hedström-Feilen wurden zunächst oberhalb vom Ende des Arbeitsteils auf einer Seite mit einem Diamanten^{xiii} markiert und anschließend mit Hilfe von Kohlenstoffkleber^{xiv} längs auf Proben Tellern^{xv} befestigt. Pro Feile wurden 19, 20 bzw. 21 Aufnahmen von der markierten Seite bei 100facher Vergrößerung angefertigt. Am Ende des Arbeitsteils wurde begonnen und in unten beschriebener Abfolge bis zur Feilenspitze fortgeschritten. Für die Auswertung wurden die Feilen so im Rasterelektronenmikroskop^{xvi} platziert, dass sie auf dem Monitor diagonal von links unten nach rechts oben verliefen. Bei der ersten Aufnahme befand sich die erste Schneidekante oben rechts im Bild, die zweite Aufnahme zeigte die erste Schneidekante unten links im Bild und die zweite Schneidekante oben rechts im Bild. Mit diesem System wurde bis zur Spitze vorgegangen. Danach wurden die Feilen zufällig den folgenden Gruppen zugeordnet. Während Gruppe 1 unbehandelt belassen wurde, durchliefen Gruppe 2 und 3 einen bzw. fünf chemisch-physikalische Belastungszyklen, die denen der Hauptuntersuchung entsprachen. Es erfolgten weitere identische rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen und die anschließende Auswertung^{xvii} der erhobenen Daten.

4.3. Hauptversuch

4.3.1. Auswahl und Vorbereitung der Zähne

Es wurden 10 extrahierte menschliche Zähne in dieser Versuchsreihe verwendet. Die Zähne wurden bis zum Versuchsbeginn in Thymol-Lösung^{xviii} bei Zimmertemperatur gelagert. Zunächst wurden die Zähne von Gewebsresten befreit, um dann mit einem Diamantschleifer¹³ eine Zugangskavität zu den Wurzelkanälen zu präparieren. Danach wurden die Kanaleingänge mit Gates-Glidden-Bohrern^{xix} dargestellt und konisch erweitert. Zuletzt wurden die Kanäle manuell mit Hedströmfeilen^{xx} so weit aufbereitet, dass Feilen der ISO-Größe 25 ohne Klemmpassung bis zur Spitze der Wurzel gelangen konnten. Nach der Aufbereitung wurden die Zähne wiederum in Thymol¹⁸ gelagert.

4.3.2. Markierung der Feilen

Im Hauptversuch wurden je 30 Feilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW untersucht. Zunächst wurden die Feilen mit verschiedenfarbigen Gummistoppfern^{xxi} markiert (Maillefer = schwarz, FKG = blau, Kerr = weiß, VDW = gelb) und am Griff mit eingravierten Nummern von 1 bis 30 gekennzeichnet, sodass jede einzelne Feile eindeutig identifiziert werden konnte.

4.3.3. Einteilung der Feilen in die Belastungsgruppen

Es erfolgte eine randomisierte Zuteilung der 120 Feilen zu den drei Gruppen mit einem im Internet aufrufbaren Zufallsgenerator^{xxii}. Dazu wurden die Feilen mit neuen randomisierten Nummern von 1 bis 120 versehen. Die Arbeitsgriffe wurden sorgfältig überklebt und mit der entsprechenden Randomisierungsnummer gekennzeichnet. Von nun an waren weder der Feilenhersteller, noch die in den Griff eingravierte Nummer zu erkennen. Mit Hilfe einer Randomisierungsliste konnte lediglich bestimmt werden, wie viele

Belastungszyklen die jeweilige Feile durchlaufen sollte.

4.3.4. Versuchsablauf des Hauptversuches

Die Feilen der ersten Gruppe wurden keinem Belastungszyklus ausgesetzt und kamen nicht mit NaOCl in Kontakt. Die zweite Gruppe wurde einem Belastungszyklus ausgesetzt, während die Feilen der dritten Gruppe fünf Belastungszyklen durchliefen. Ein Zyklus begann mit einer fünfminütigen mechanischen Belastung der jeweiligen Feile in einem aufbereiteten natürlichen Zahn mit intermittierender Spülung des Zahnes mit 3%iger NaOCl-Lösung¹. Danach trocknete die Feile für 45 Minuten bei Zimmertemperatur. Anschließend wurde die Feile in einem Interimsständer^{xxiii} für Wurzelkanalinstrumente 30 Minuten einer 3%igen NaOCl-Lösung¹ ausgesetzt und danach für 20 Minuten in eine Desinfektionslösung^{xxiv} gelegt. Es folgte ein 10 minütiges Ultraschallbad^{xxv} in der gleichen Desinfektionslösung²⁴ und ein 10 minütiger Sterilisationsvorgang^{xxvi} bei 134°C. Die Feilen der Gruppe drei durchliefen fünf vollständige Zyklen.

4.3.5. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

Nach dem Durchlaufen der Belastungszyklen erfolgte eine erneute Randomisierung²² der 120 Feilen, um die rasterelektronenmikroskopische Auswertung verblindet durchführen zu können. Dann wurden die Feilen zunächst am Beginn des Arbeitsteils mit einem Diamanten¹³ markiert und danach mit Kohlenstoffkleber¹⁴ längs auf den Proben Tellern¹⁵ mit der markierten Seite nach oben befestigt. Es wurden, wie auch schon bei der Voruntersuchung pro Feile circa 20 Aufnahmen von der markierten Seite bei 100facher Vergrößerung angefertigt. Es wurde am Ende des Arbeitsteils begonnen und in bereits oben (unter 4.3.5 Vorversuch) beschriebener Abfolge bis zur Feilenspitze fortgeschritten.

Zunächst wurden die REM-Aufnahmen neun verschiedenen Typen von Oberflächenveränderungen zugeordnet, um diese morphologisch unterscheiden zu können.

Typ 1 = korrodierte Feilenoberfläche (Abb. 7)

Typ 2 = schwarze, nicht erhabene, stäbchenförmige Veränderungen im Spanraum neben der Schneidekante (Abb. 8)

Typ 3 = flächenhaft dunkel gefärbte, teils erhabene Areale auf der Schneidekante (Abb. 9)

Typ 4 = flächig erhabene, teils pustelartig strukturierte, scharf abgegrenzte dunkle Auflagerungen (Abb. 10)

Typ 5 = flächig-konfluierende nicht erhabene dunkle Verfärbung der Oberfläche (Abb. 11)

Typ 6 = bandförmige dunkle, nicht erhabene Oberflächenveränderungen in Feilenmitte (Abb. 12)

Typ 7 = halbkugelig erhabene, einzelne stecknadelkopfgroße Körnchen (Abb. 13)

Typ 8 = kugelig geformte Ansammlung von Ablagerungen neben der Schneidekante (Abb. 14)

Typ 9 = saubere Feilenoberfläche (Abb. 15)

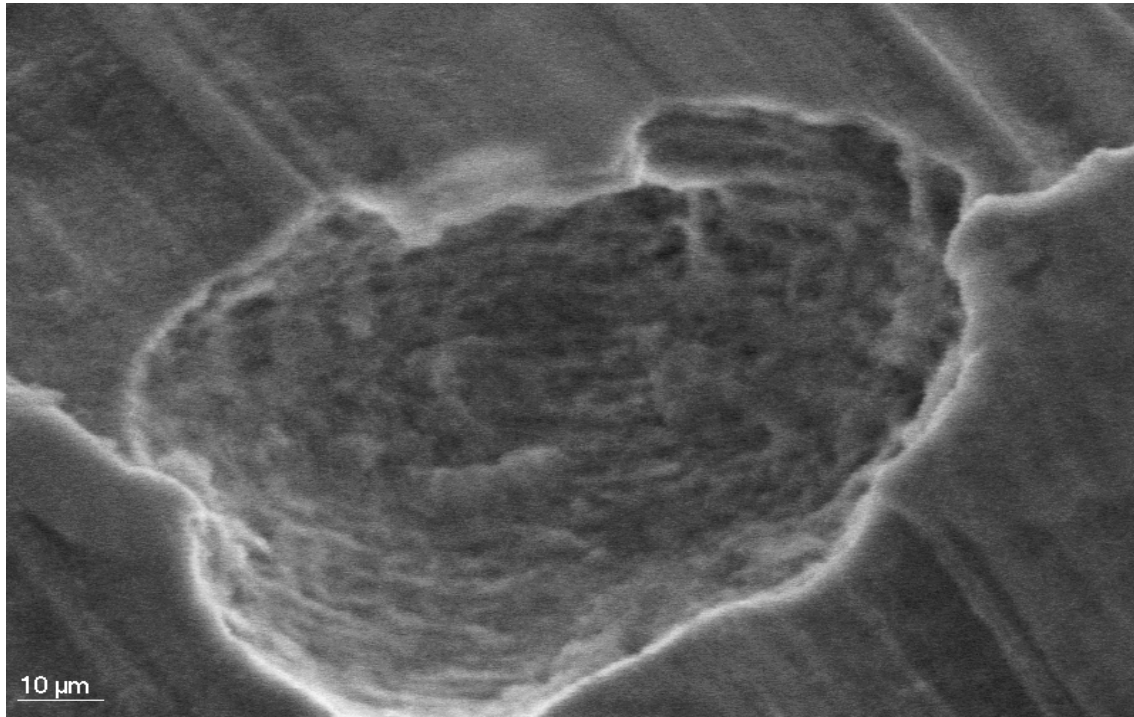


Abb. 7: Typ 1 = korrodierte Feilenoberfläche, Muldenkorrosion

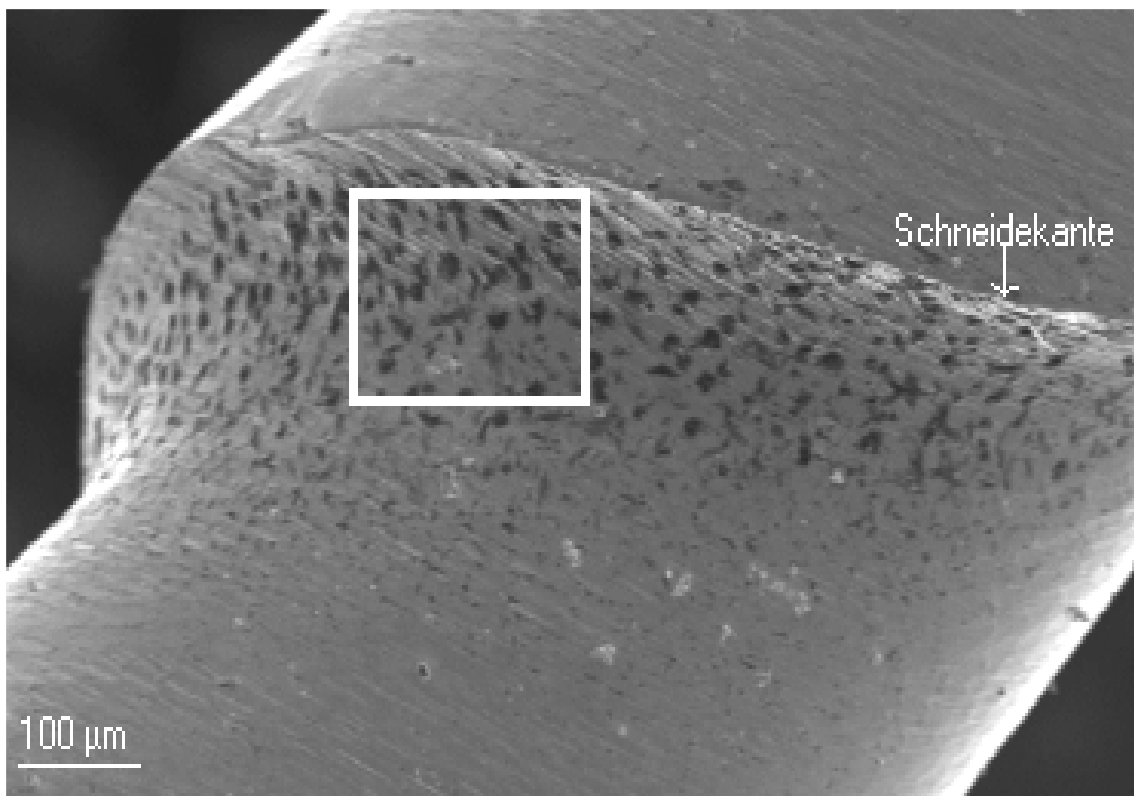


Abb. 8: Typ 2 = schwarze, nicht erhabene, stäbchenförmige Veränderungen im Spanraum neben der Schneidekante

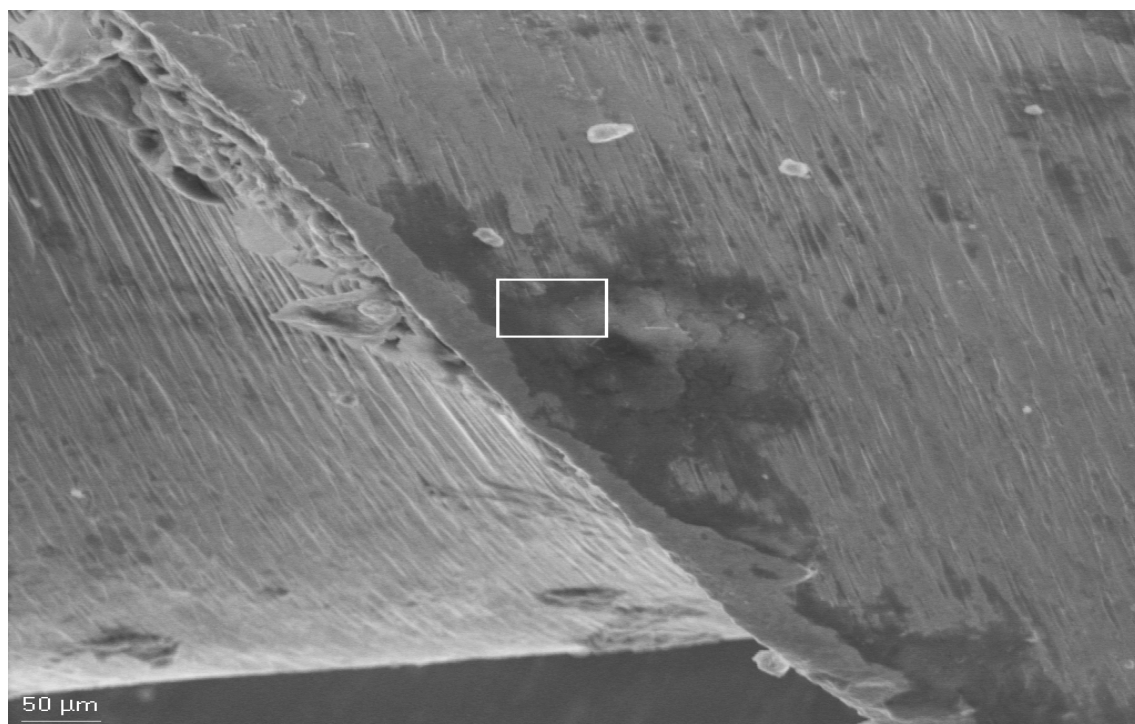


Abb. 9: Typ 3 = flächenhaft dunkel gefärbte, teils erhabene Areale auf der Schneidekante

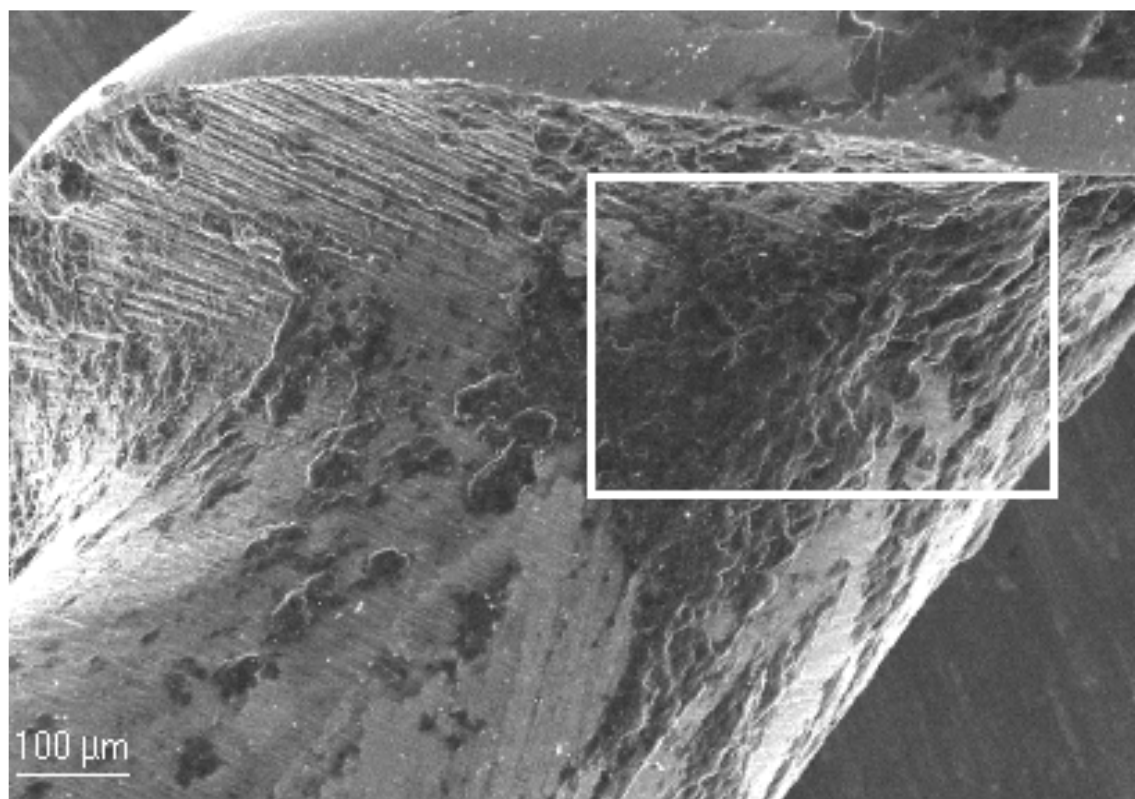


Abb. 10: Typ 4 = flächig erhabene, teils pustelartig strukturierte, scharf abgegrenzte dunkle Auflagerungen

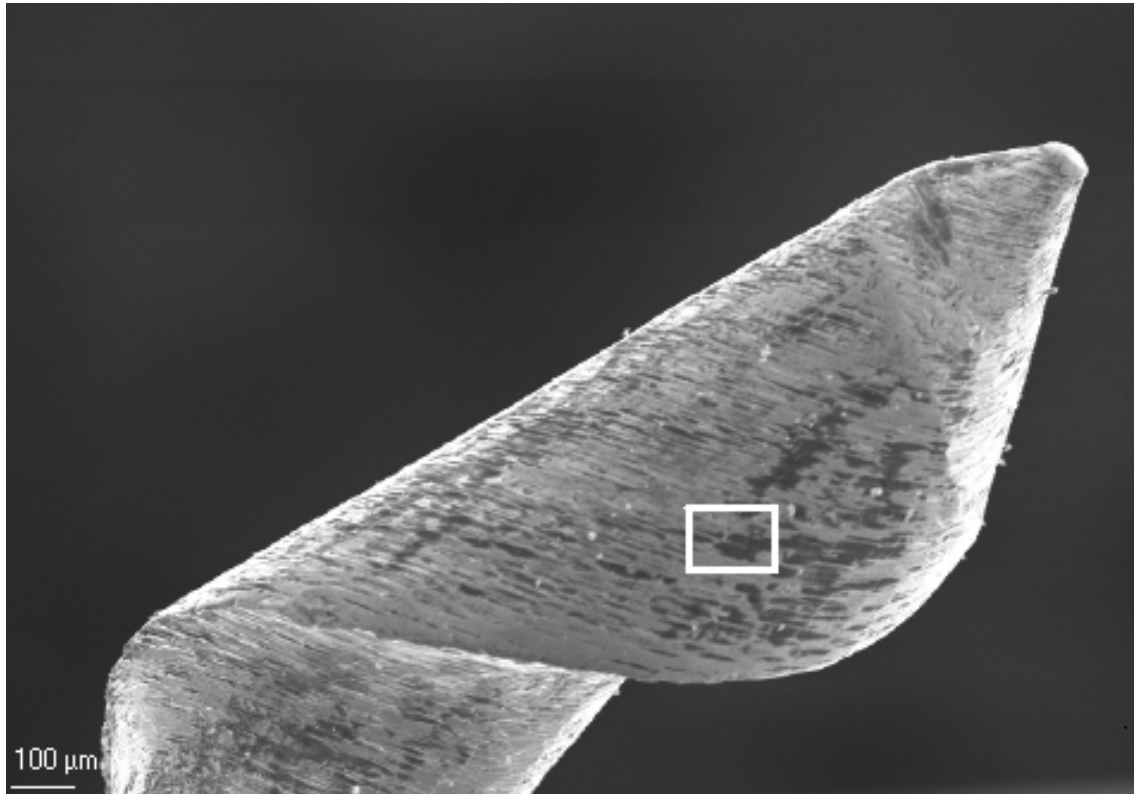


Abb. 11: Typ 5 = flächig-konfluierende nicht erhabene dunkle Verfärbung der Oberfläche

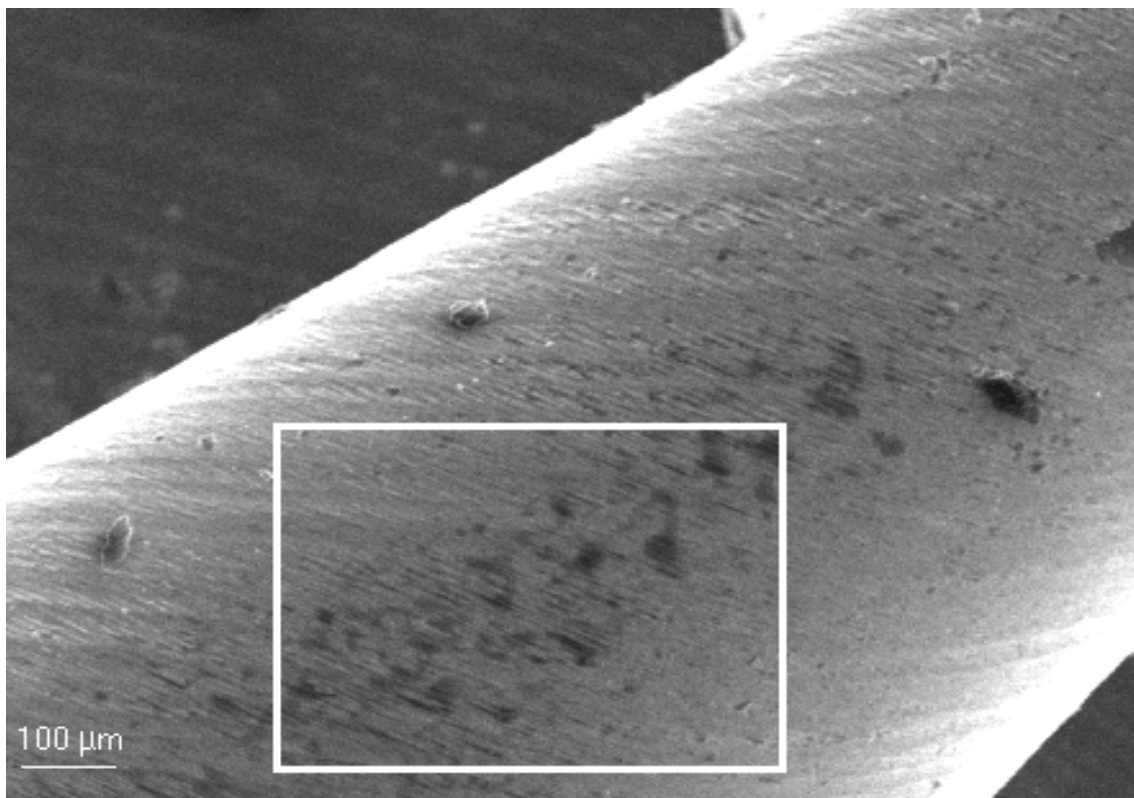


Abb. 12: Typ 6 = bandförmige dunkle, nicht erhabene Oberflächenveränderungen in Feilenmitte

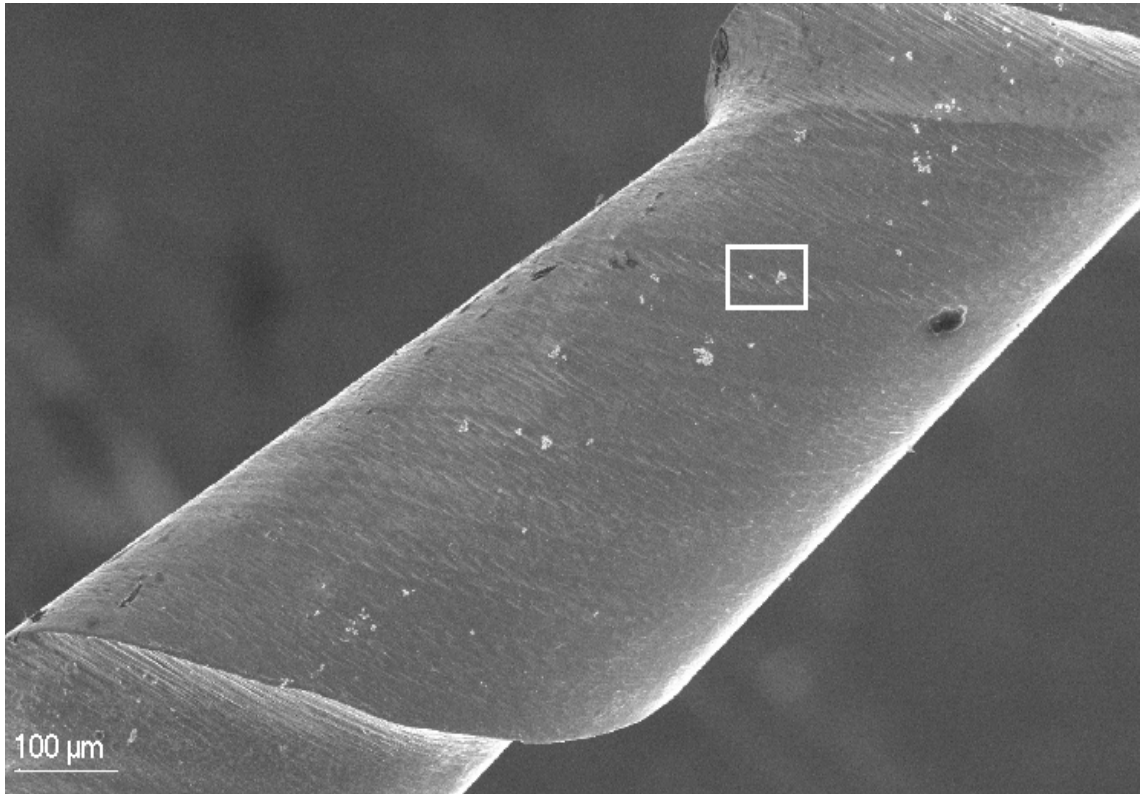


Abb. 13: Typ 7 = halbkugelig erhabene, einzelne stecknadelkopfgroße Körnchen

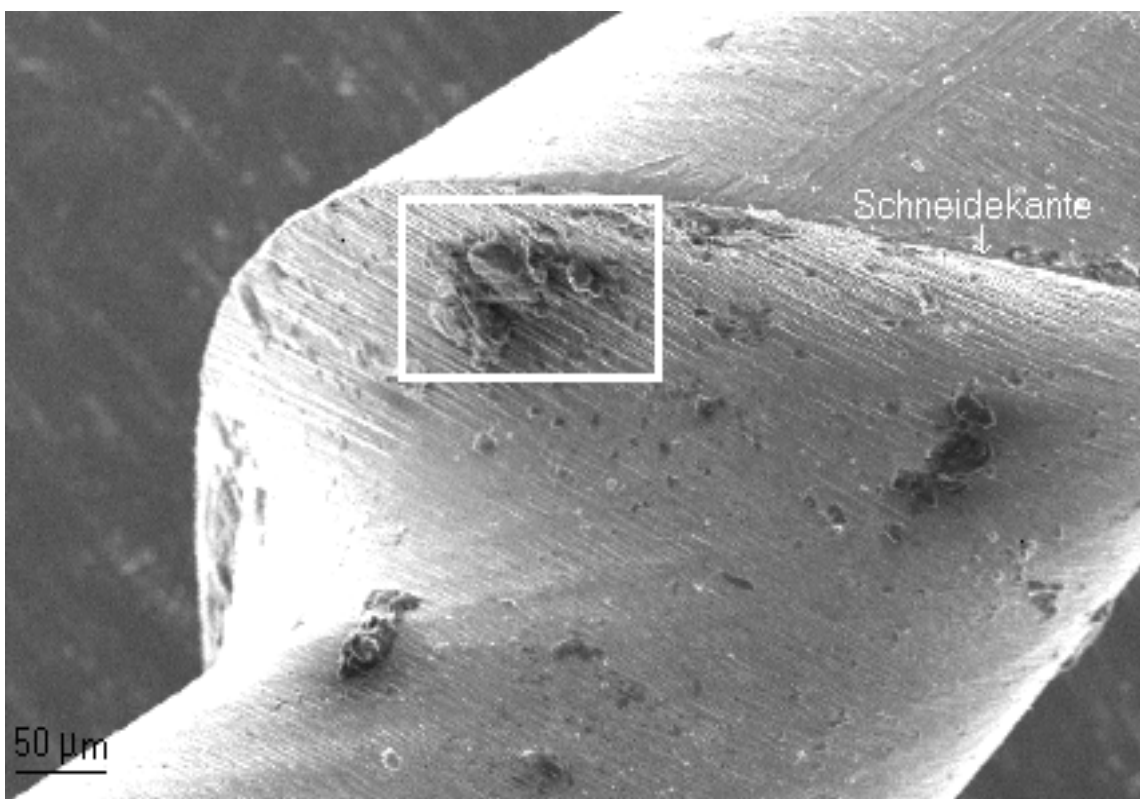


Abb. 14: Typ 8 = kugelig geformte Ansammlung von Ablagerungen neben der Schneidekante

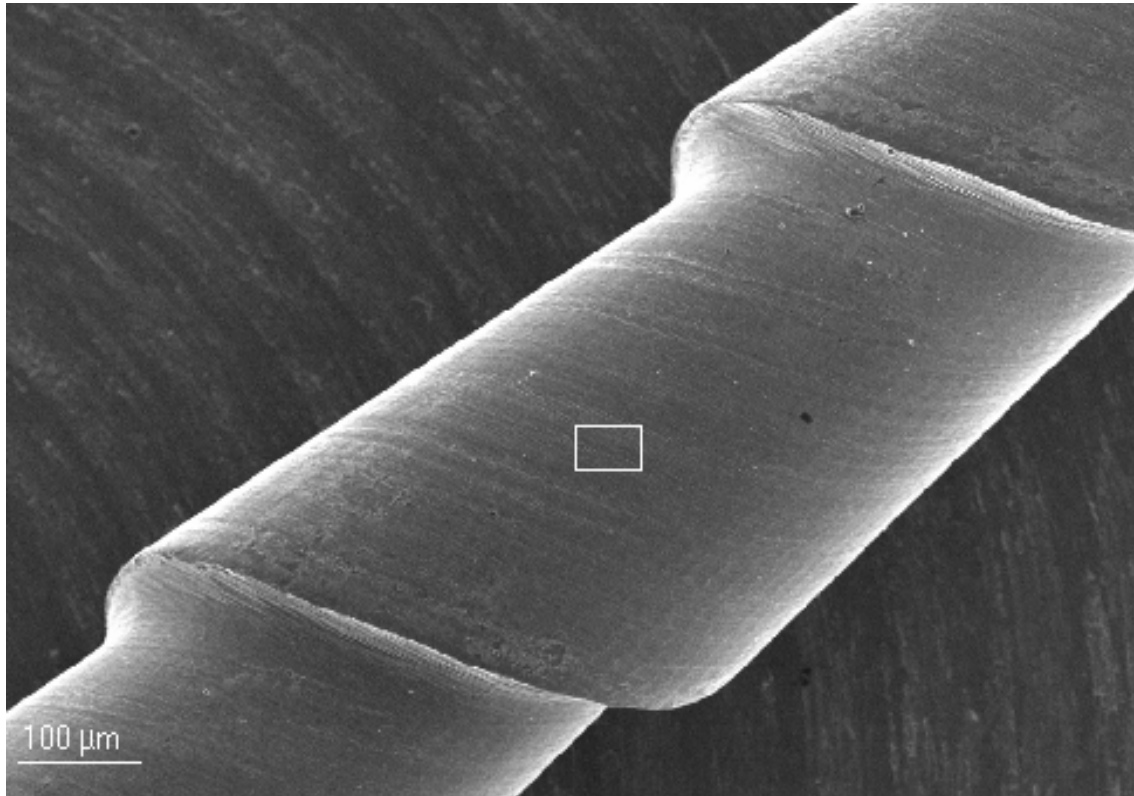


Abb. 15: Typ 9 = saubere Feilenoberfläche

4.3.6. Energiedispersive Röntgenanalyse

Nach Auswertung der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden Feilen mit markanten Veränderungen der Oberfläche ausgewählt, um diese mit energiedispersiver Röntgenstrahlung^{xxvii} im Institut für Geowissenschaften der Universität Marburg von Herrn Dirk Hellwig untersuchen zu lassen. Zunächst wurde in der Sekundärelektronenabbildung im Rasterelektronenmikroskop¹⁶ bei 300 bis 1500facher Vergrößerung die betreffende Stelle an der Oberfläche der Feile aufgesucht. Ein fokussierter Elektronenstrahl wurde nun punktuell auf die Probenoberfläche gerichtet und die durch Wechselwirkung zwischen den Elektronen und der Probe freigesetzten Röntgenstrahlen wurden mittels eines Halbleiterdetektors^{xxviii} nachgewiesen. Dabei konnten punktuelle Veränderungen der Feilenoberfläche bei stärkerer Vergrößerung zu betrachten werden als flächenförmige Auflagerungen. Da unterschiedliche Elemente Röntgenstrahlung unterschiedlicher Energie erzeugen, konnte unter einer Anregungsspannung von 15 kV ein Spektrum aufgenommen werden, in dem die einzelnen in der Probe enthaltenen Elemente in Form von Peaks

erschienen. Mit Hilfe dieser Spektren ließen sich genaue Aussagen treffen, aus welchen chemischen Elementen sich die Oberflächenveränderungen der Feilen zusammensetzten.

4.3.7. Entblindung der Feilen

Nach Ablauf des Versuches wurden die Verklebungen am Arbeitsgriff der Feilen entfernt. Nun konnten anhand der eingravierten Nummern, der Gummistopper und der Randomisierungslisten alle Feilen eindeutig identifiziert werden.

4.3.8. Statistische Auswertung der erhobenen Daten

Die statistische Auswertung der erhobenen Daten erfolgte mit dem Statistikprogramm SPSS® 12.0¹⁷.

Statistisch getestet wurden die Daten der zykelvoltametrischen Messungen.

Zunächst wurden die Daten der intervallskalierten Werte mit dem Kolmogorov-Smirnov-Test auf Normalverteilung überprüft. Diesem Test entsprechend erfolgte die weitere Auswertung mit dem nichtparametrischen U-Test nach Mann und Whitney oder dem parametrischen T-Test zum Vergleich zweier unabhängiger Stichproben. Bei der Auswertung der nominal- bzw. ordinalskalierten Werte wurde der Chi-Quadrat-Test angewendet. Ist mittels Chi-Quadrat-Test ein signifikanter Unterschied festgestellt worden, erfolgte eine Spezifizierung der Einzelwerte durch die standardisierten Residuen.

In den Daten gefundene Unterschiede wurden als

1. nicht signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $> 5\%$
lag ($p > 0,05$)
2. signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $\leq 5\%$ lag
($p \leq 0,05$)
3. sehr signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $\leq 1\%$
lag ($p \leq 0,01$)
4. höchst signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $\leq 0,1\%$ lag ($p \leq 0,001$).

5. Ergebnisse

5.1. Voruntersuchungen

5.1.1. Zykelvoltametrische Messungen

Die mittels eines Potentiostaten aufgezeichneten zykelvoltametrischen Kurven sind beispielhaft in den nachfolgenden Graphen dargestellt.

Die Kurven setzen sich aus Hin- und Rückweg zusammen. Der Hinweg beginnt beim Initialpotential von 0,6V und führt bis zum 1. Umkehrpotential von 1,1V.

Von dort aus setzt sich die Kurve im Rückweg fort.

In den folgenden Abbildungen sind exemplarische Graphen der zykelvoltametrischen Messungen dargestellt.

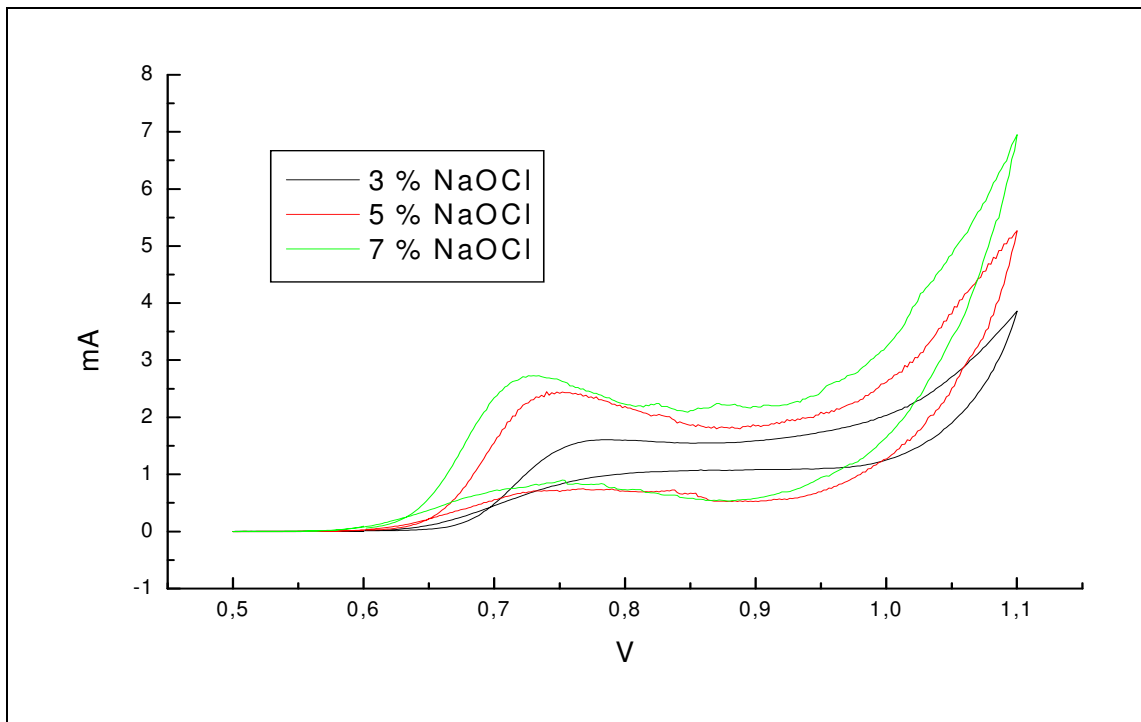


Abb. 16: zykelvoltametrische Messung von drei Maillefer-Feilen nach 1 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

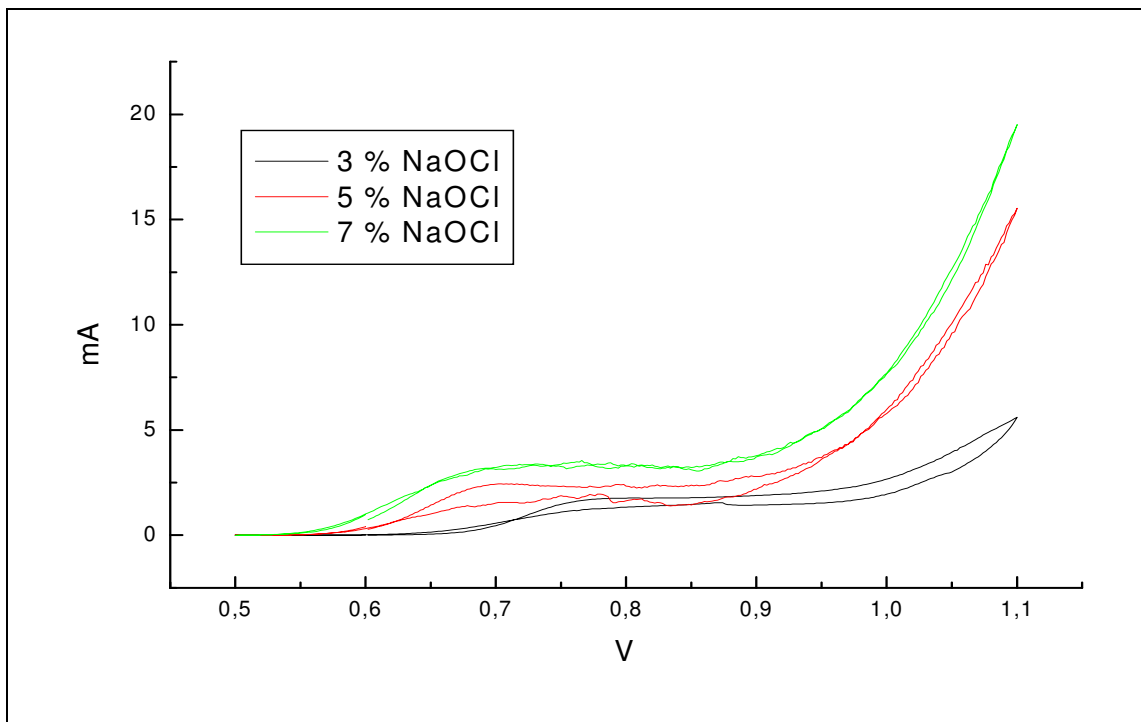


Abb. 17: zykelvoltametrische Messung von drei Maillefer-Feilen nach 20 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

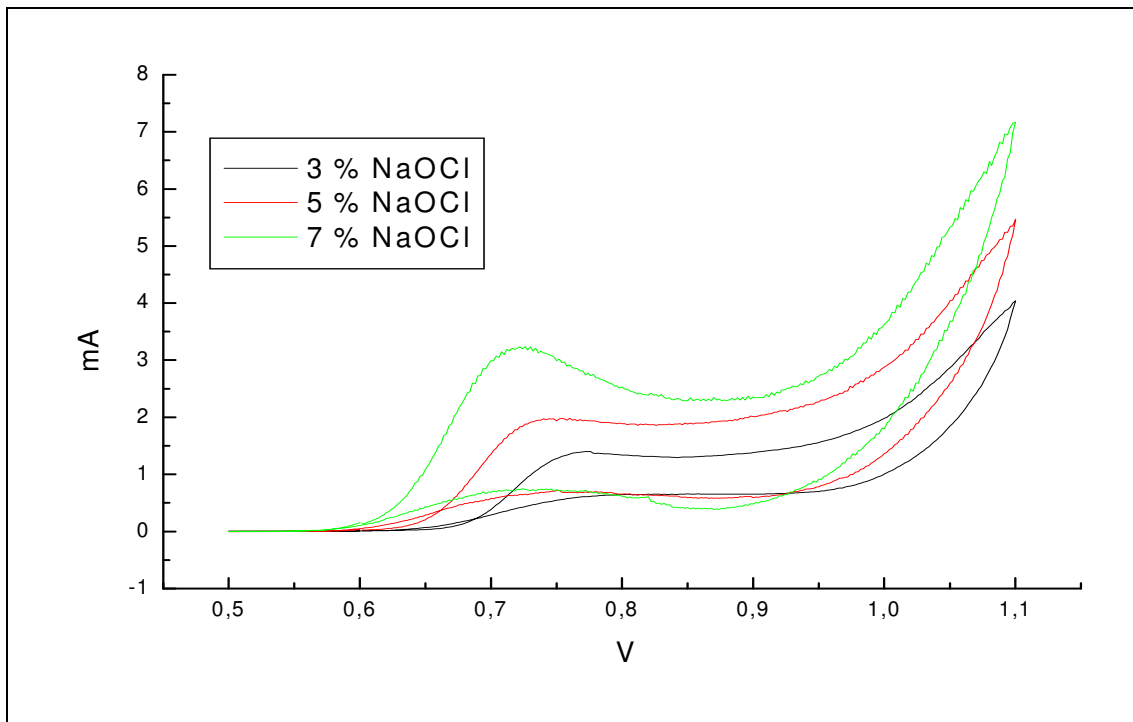


Abb. 18: zykelvoltametrische Messung von drei FKG-Feilen nach 1 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

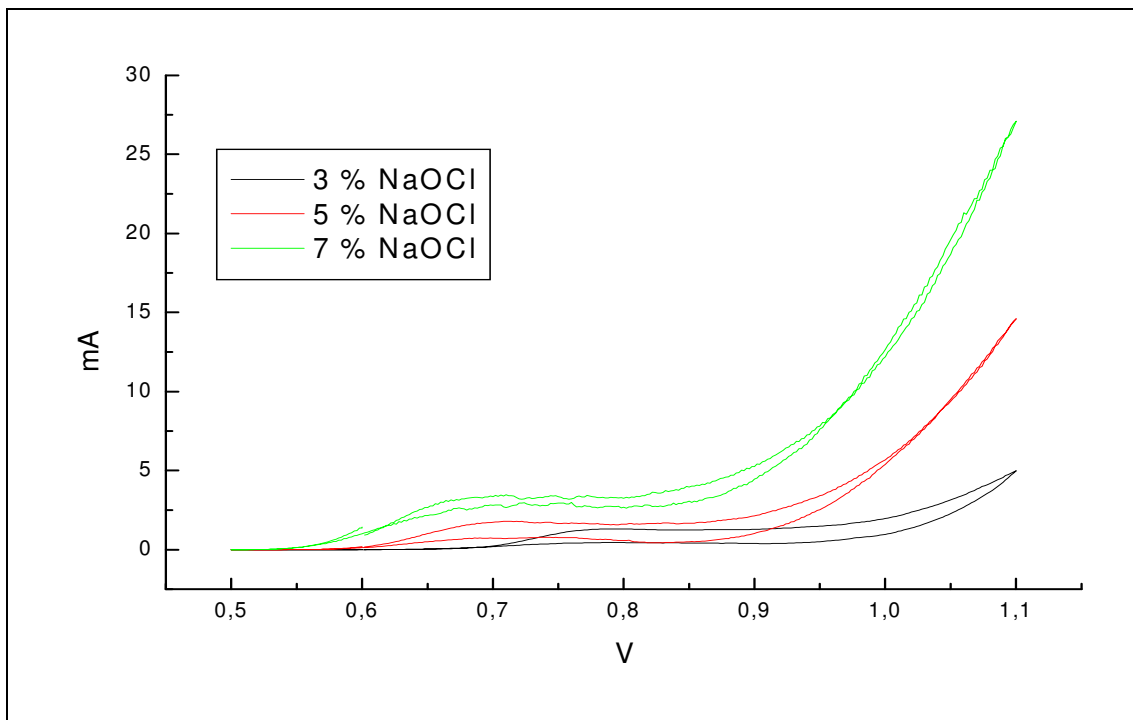


Abb. 19: zykelvoltametrische Messung von drei FKG-Feilen nach 20 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

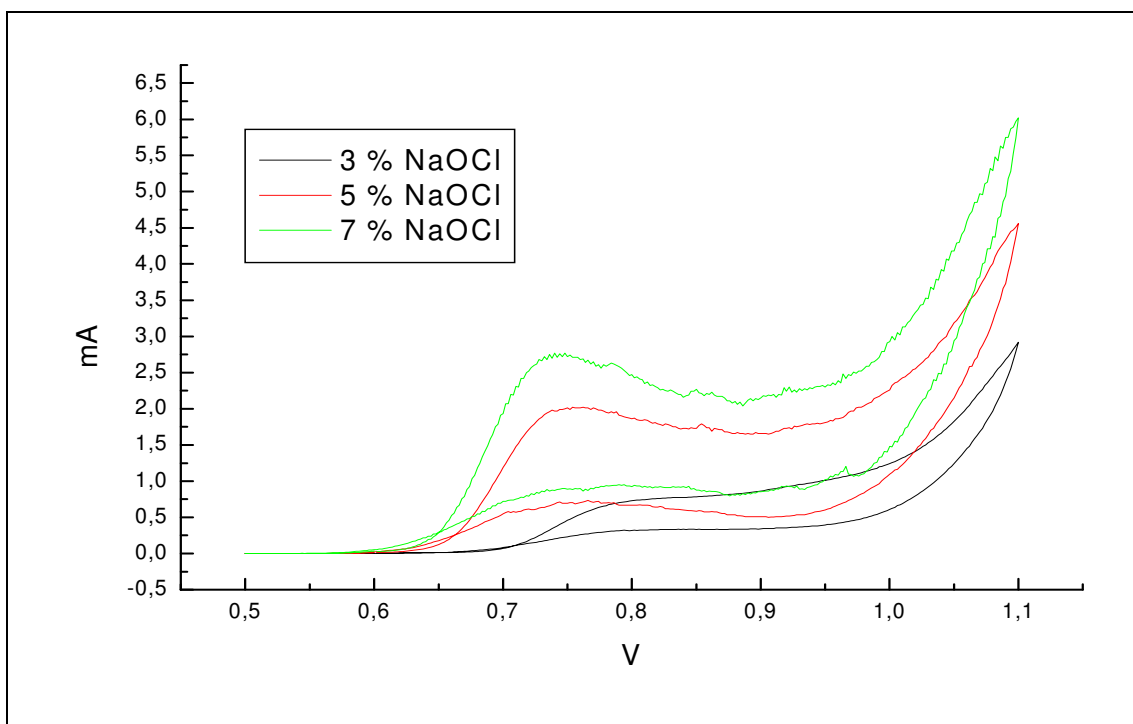


Abb. 20: zykelvoltametrische Messung von drei Kerr-Feilen nach 1 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

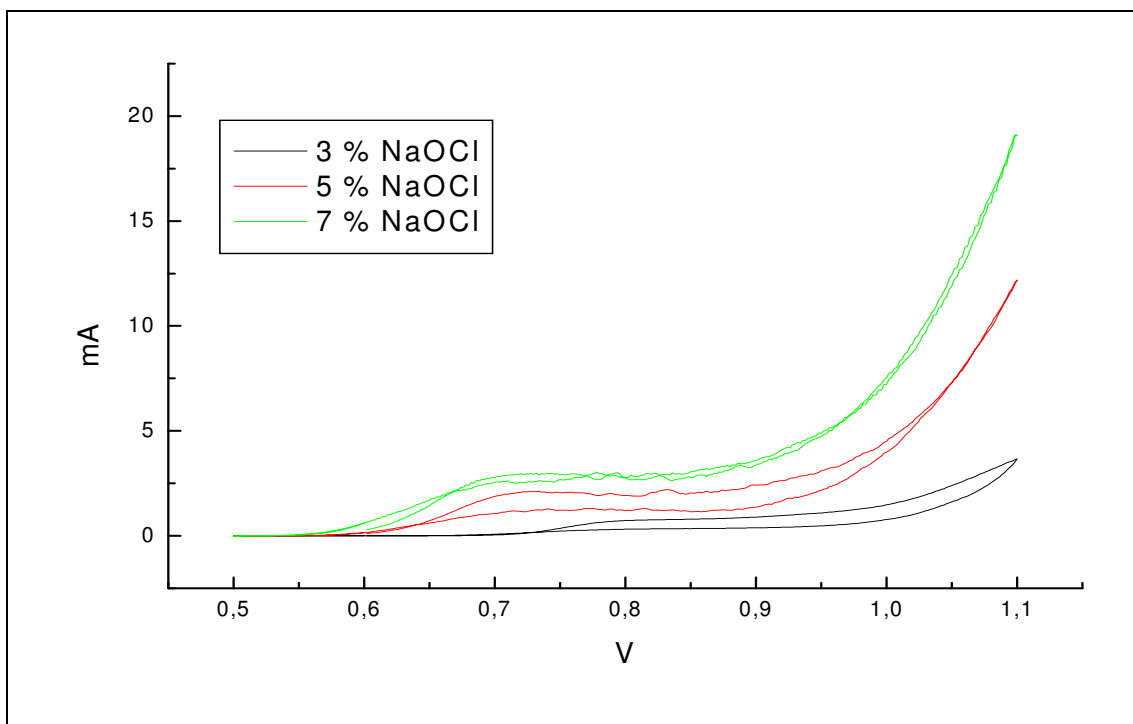


Abb. 21: zykelvoltametrische Messung von drei Kerr-Feilen nach 20 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

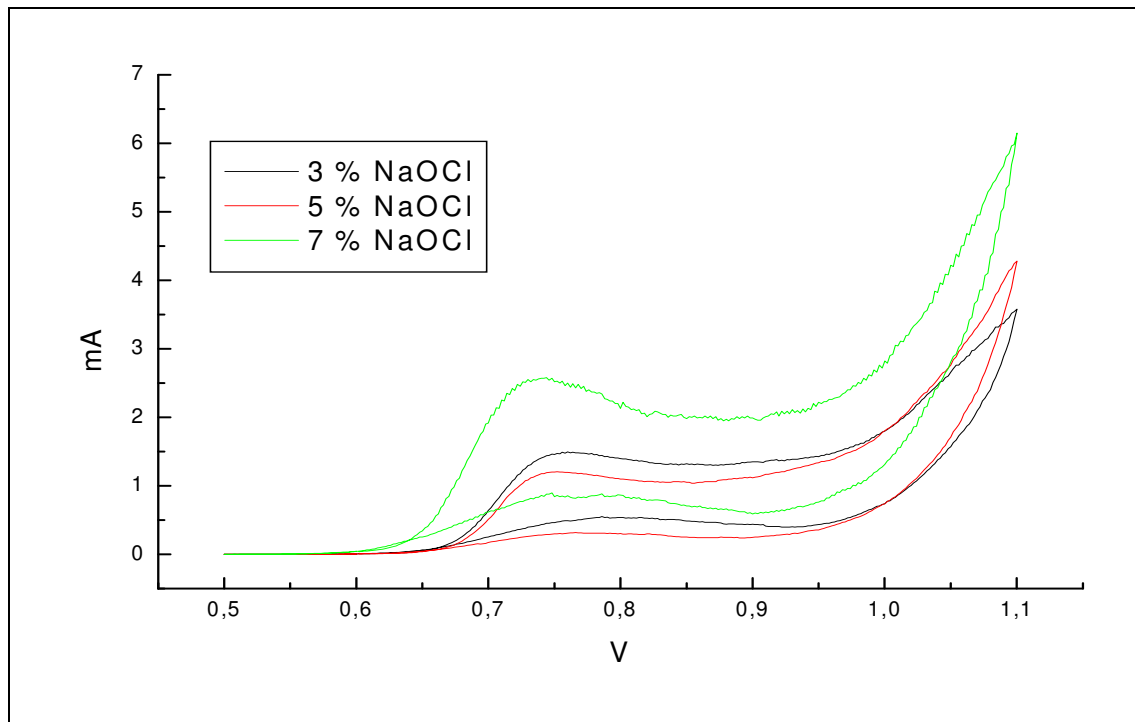


Abb. 22: zyklometrische Messung von drei VDW-Feilen nach 1 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

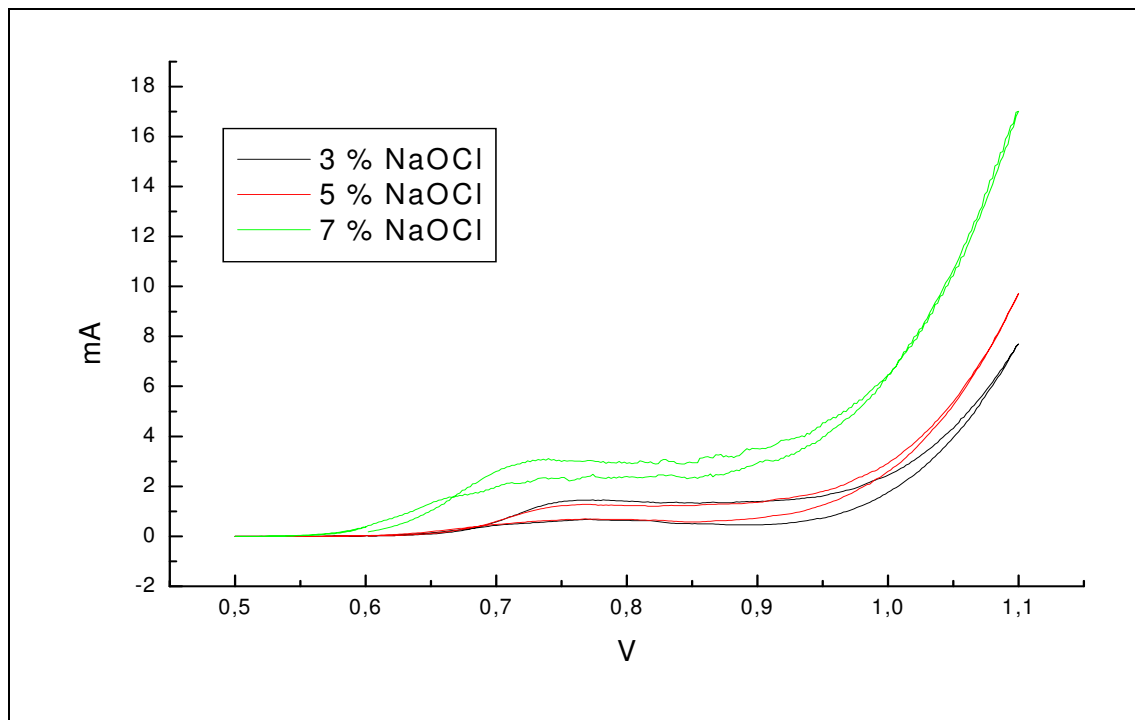


Abb. 23: zyklometrische Messung von drei VDW-Feilen nach 20 min in 3, 5, 7%iger NaOCl-Lösung.

Zur weiteren Auswertung wurden die Werte der Stromstärke aller Feilen bei einem festgelegten Spannungswert von $U = 0,78 \text{ V}$ des Kurven-Hinweges ermittelt.

Maillefer Messung nach x min	mA bei 3%iger NaOCl-Lösung	mA bei 5%iger NaOCl-Lösung	mA bei 7%iger NaOCl-Lösung
1 min	1,56	2,20	2,77
5 min	1,55	2,16	2,64
10 min	1,57	2,11	2,64
15 min	1,55	2,24	2,83
20 min	1,55	2,20	2,98

Abb. 24: Maillefer-Feilen

Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

In 3%iger NaOCl-Lösung schwanken die Mittelwerte der Stromstärke bei den Maillefer-Feilen zwischen der ersten und der zwanzigsten Minute nur sehr gering. Der niedrigste gemessene Wert beträgt 1,55mA und der höchste 1,57 mA.

In 5%iger NaOCl-Lösung konnten deutlich höhere Werte ermittelt werden. Der kleinste Mittelwert beträgt 2,11 mA und wurde nach zehn Minuten gemessen. Der höchste Wert beträgt 2,24 mA und wurde nach fünfzehn Minuten ermittelt.

Auch in der 7%igen NaOCl-Lösung sind die Werte der Stromstärke im Vergleich zu den niederprozentigen NaOCl-Lösungen deutlich höher. Der niedrigste Mittelwert liegt mit 2,64 mA in der fünften und in der zehnten Minute des Versuches. Der höchste Wert konnte mit 2,98 mA nach zwanzig Minuten ermittelt werden.

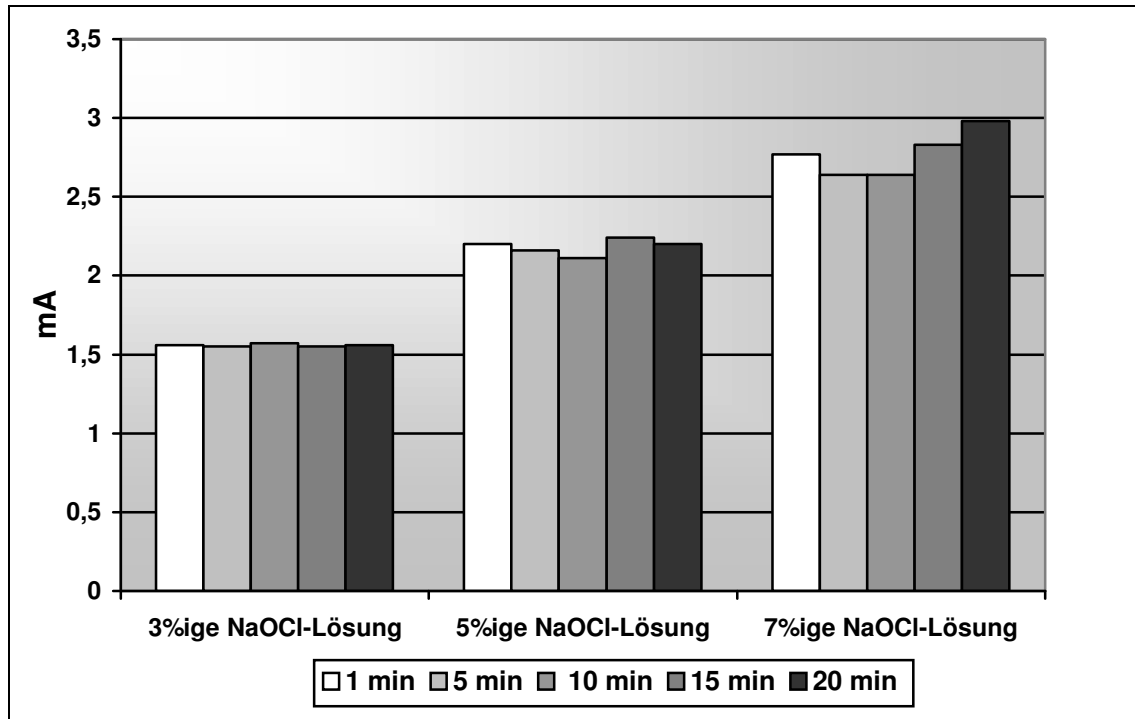


Abb. 25: Maillefer-Feilen
Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

FKG Messung nach x min	mA bei 3%iger NaOCl-Lösung	mA bei 5%iger NaOCl-Lösung	mA bei 7%iger NaOCl-Lösung
1 min	1,16	2,12	2,67
5 min	1,14	1,81	2,31
10 min	1,10	1,73	2,45
15 min	1,09	1,82	2,67
20 min	1,06	1,93	3,06

Abb. 26: FKG-Feilen

Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

In 3%iger NaOCl-Lösung schwanken die Mittelwerte der Stromstärke bei den FKG-Feilen zwischen 1,16 mA in der ersten und 1,06 mA in der zwanzigsten Minute.

In 5%iger NaOCl-Lösung konnten deutlich höhere Werte ermittelt werden. Der kleinste Mittelwert beträgt 1,73 mA und wurde nach zehn Minuten gemessen. Der höchste Wert beträgt 2,12 mA und wurde nach einer Minute ermittelt.

In der 7%igen NaOCl-Lösung sind die Werte der Stromstärke im Vergleich zu den niederprozentigen NaOCl-Lösungen deutlich höher. Der niedrigste Mittelwert liegt mit 2,31 mA in der fünften Minute des Versuches. Der höchste Wert konnte mit 3,06 mA nach zwanzig Minuten ermittelt werden.

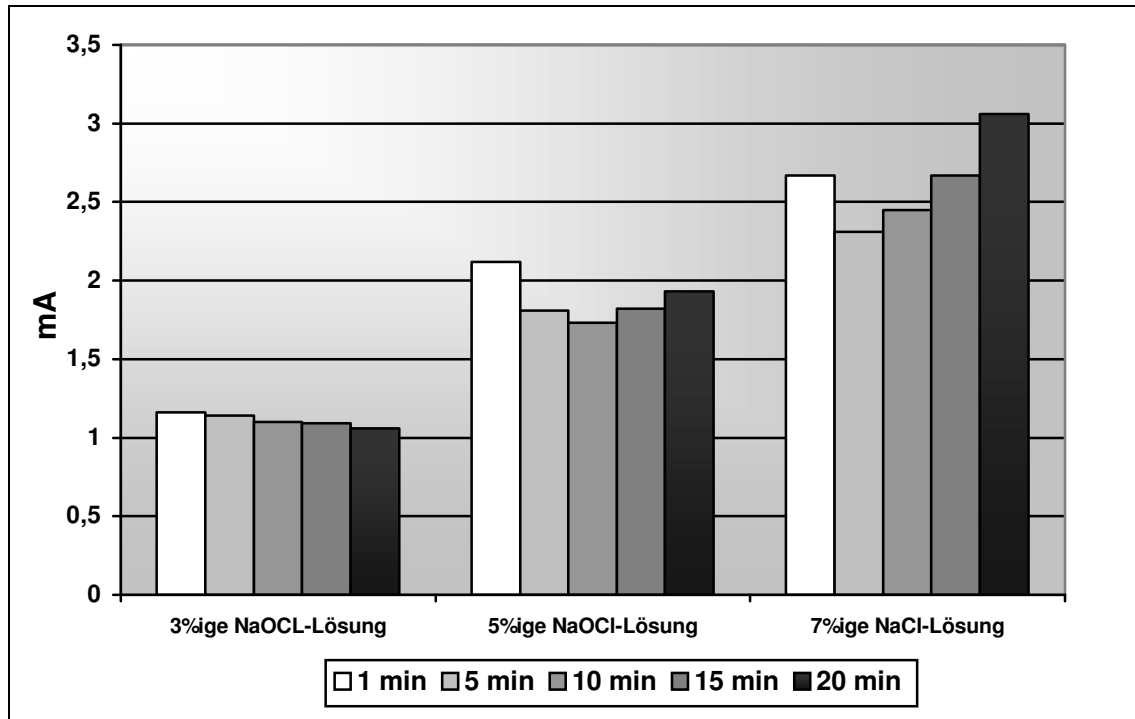


Abb. 27: FKG-Feilen

Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

Kerr Messung nach x min	mA bei 3%iger NaOCl-Lösung	mA bei 5%iger NaOCl-Lösung	mA bei 7%iger NaOCl-Lösung
1 min	0,90	1,69	2,42
5 min	1,07	1,67	2,41
10 min	1,01	1,66	2,40
15 min	1,02	1,63	2,50
20 min	0,99	1,58	2,69

Abb. 28: Kerr-Feilen

Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

In 3%iger NaOCl-Lösung schwanken die Mittelwerte der Stromstärke bei den Kerr-Feilen zwischen 0,90 mA in der ersten und 1,29 mA in der zwanzigsten Minute.

In 5%iger NaOCl-Lösung konnten auch hier deutlich höhere Werte ermittelt werden. Der kleinste Mittelwert beträgt 1,58 mA und wurde nach zwanzig Minuten gemessen. Der höchste Wert beträgt 1,63 mA und wurde nach fünfzehn Minuten ermittelt.

In der 7%igen NaOCl-Lösung sind die Werte der Stromstärke im Vergleich zu den niederprozentigen NaOCl-Lösungen wiederum deutlich höher. Der niedrigste Mittelwert liegt mit 2,40 mA in der zehnten Minute des Versuches. Der höchste Wert konnte mit 2,69 mA nach zwanzig Minuten ermittelt werden.

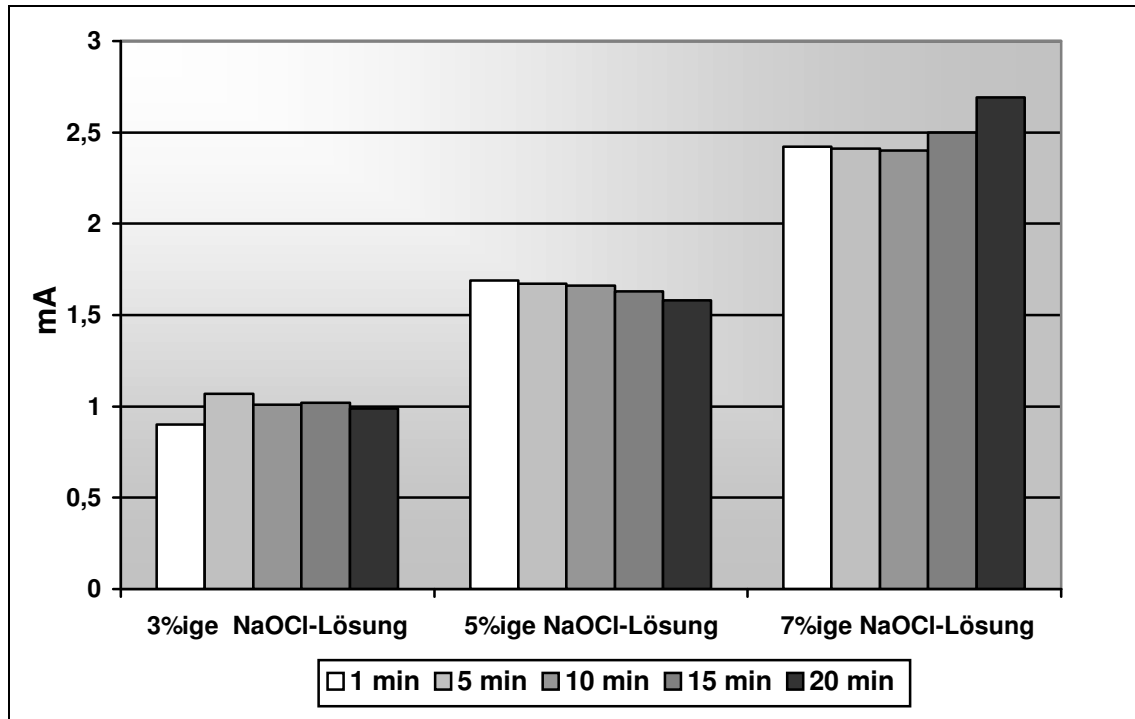


Abb. 29: Kerr-Feilen
Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

VDW Messung nach x min	mA bei 3%iger NaOCl-Lösung	mA bei 5%iger NaOCl-Lösung	mA bei 7%iger NaOCl-Lösung
1 min	1,13	1,53	2,13
5 min	1,24	1,45	2,21
10 min	1,25	1,37	2,22
15 min	1,25	1,45	2,37
20 min	1,17	1,46	2,48

Abb. 30: VDW-Feilen

Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

In 3%iger NaOCl-Lösung schwanken die Mittelwerte der Stromstärke bei den VDW-Feilen zwischen 1,13 mA in der ersten und 1,25 mA in der zehnten, bzw. fünfzehnten Minute.

In 5%iger NaOCl-Lösung wiederum konnten deutlich höhere Werte ermittelt werden. Der kleinste Mittelwert beträgt 1,37 mA und wurde nach zehn Minuten gemessen. Der höchste Wert beträgt 1,53 mA und wurde nach einer Minute ermittelt.

In der 7%igen NaOCl-Lösung sind die Werte der Stromstärke im Vergleich zu den niederprozentigen NaOCl-Lösungen auch hier deutlich höher. Der niedrigste Mittelwert liegt mit 2,13 mA in der ersten Minute des Versuches. Der höchste Wert konnte mit 2,48 mA nach zwanzig Minuten ermittelt werden.

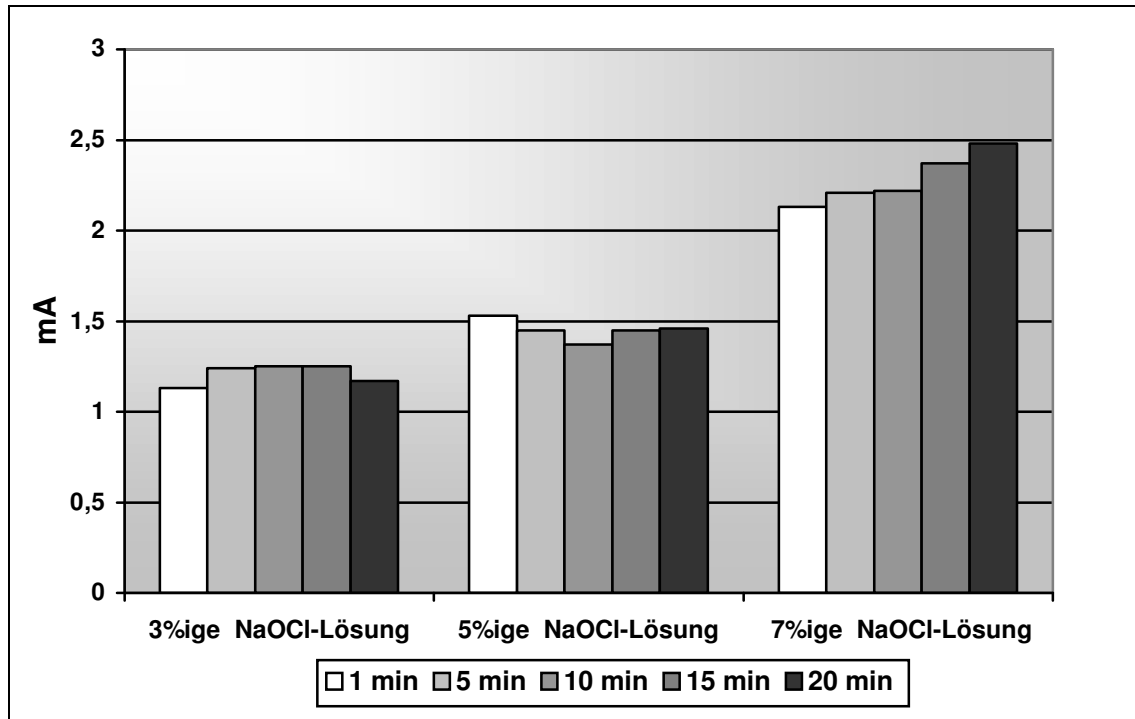


Abb. 31: VDW-Feilen

Mittelwerte der Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78V.

In den folgenden statistischen Vergleichen der Werte der vier Feilenmarken untereinander wird die jeweilige Irrtumswahrscheinlichkeit in Prozent angegeben und in Klammern wird danach das Signifikanzniveau vermerkt.

Die gefundenen Unterschiede wurden als

1. nicht signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $> 5\%$ lag ($p > 0,05$)
2. signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $\leq 5\%$ lag ($p \leq 0,05$)
3. sehr signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $\leq 1\%$ lag ($p \leq 0,01$)
4. höchst signifikant bezeichnet, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit bei $\leq 0,1\%$ lag ($p \leq 0,001$).

	1 min	5 min	10 min	15 min	20 min
Maillefer	1,56	1,55	1,57	1,55	1,55
FKG	1,16	1,14	1,10	1,09	1,06
Kerr	0,90	1,29	1,07	1,02	0,99
VDW	1,13	1,24	1,25	1,25	1,17

Abb. 32: Vergleich der Mittelwerte der Stromstärke (mA) aller vier Hersteller bei 3%iger NaOCl-Lösung und einer Spannung von 0,78V.

Nach **einer Minute** liegt der Mittelwert der gemessenen Stromstärke der FKG-Feilen mit 1,16 mA sehr signifikant ($p = 0,009$) unter den Maillefer-Feilen mit 1,56 mA. Auch der Mittelwert der Kerr-Feilen liegt mit 0,9 mA sehr signifikant ($p = 0,008$) unter den Maillefer-Feilen. Der Mittelwert der VDW-Feilen liegt mit 1,13 mA in der ersten Minute signifikant ($p = 0,05$) unter dem Maillefer-Wert.

In der **fünften Minute** liegt der FKG-Wert mit 1,14 mA sehr signifikant ($p = 0,008$) unter den Maillefer-Feilen mit 1,55 mA.

In der **zehnten Minute** ist der FKG-Mittelwert mit 1,10 mA wieder sehr signifikant ($p = 0,008$) unter den Maillefer-Feilen mit 1,57 mA. Der Mittelwert der Kerr-Feilen liegt mit 1,07 mA signifikant ($p = 0,036$) unter den Maillefer-Feilen.

Nach **fünfzehn Minuten** ist der Mittelwert der FKG-Feilen bei 1,09 mA und wieder sehr signifikant ($p = 0,006$) unter den Maillefer-Feilen mit 1,55 mA.

In der **zwanzigsten Minute** ist der FKG-Wert mit 1,06 mA im Vergleich zum Mittelwert der Maillefer-Feilen mit 1,55 mA sehr signifikant ($p = 0,003$) geringer.

Der Kerr-Wert ist mit 0,99 mA signifikant ($p = 0,035$) unter dem Mittelwert der Maillefer-Feilen.

Die restlichen Werte der vier Firmen unterscheiden sich im Vergleich untereinander nicht signifikant ($p > 0,05$).

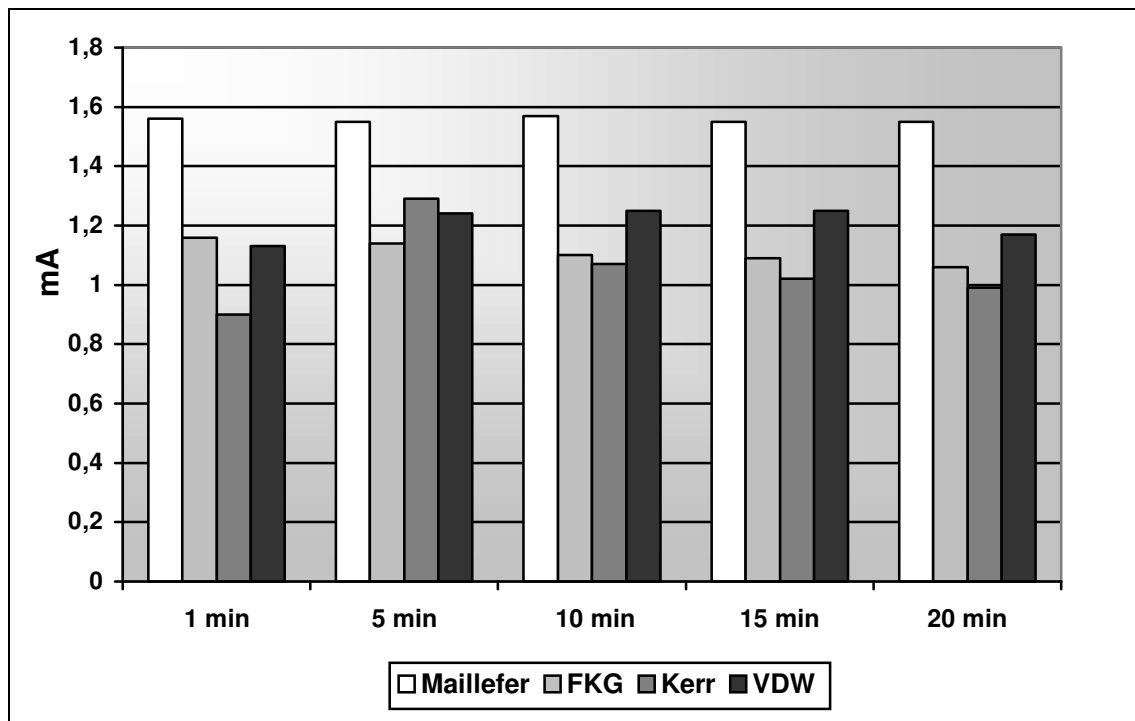


Abb. 33: Vergleich der Mittelwerte der Stromstärke (mA) aller vier Hersteller bei 3%iger NaOCl-Lösung und einer Spannung von 0,78V.

	1 min	5 min	10 min	15 min	20 min
Maillefer	2,20	2,16	2,11	2,24	2,20
FKG	2,12	1,81	1,73	1,82	1,93
Kerr	1,69	1,67	1,66	1,63	1,58
VDW	1,53	1,45	1,37	1,45	1,46

Abb. 34: Vergleich der Mittelwerte der Stromstärke (mA) aller vier Hersteller bei 5%iger NaOCl-Lösung und einer Spannung von 0,78V.

Nach **einer Minute** liegt der Mittelwert der gemessenen Stromstärke der Kerr-Feilen mit 1,69 mA sehr signifikant ($p = 0,007$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,20 mA. Auch der Mittelwert der VDW-Feilen liegt mit 1,53 mA sehr signifikant ($p = 0,003$) unter den Maillefer-Feilen. Außerdem liegen der Mittelwert der Kerr-Feilen und VDW-Wert signifikant ($p = 0,03$ bzw. $p = 0,011$) unter dem FKG-Wert mit 2,12 mA.

In der **fünften Minute** liegt der Kerr-Wert mit 1,67 mA sehr signifikant ($p = 0,005$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,16 mA. Auch der Mittelwert der VDW-Feilen liegt mit 1,45 mA sehr signifikant ($p = 0,001$) unter den Maillefer-Feilen.

In der **zehnten Minute** ist der Kerr-Mittelwert mit 1,66 mA signifikant ($p = 0,018$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,11 mA. Der Mittelwert der VDW-Feilen liegt mit 1,37 mA sehr signifikant ($p = 0,004$) unter den Maillefer-Feilen.

Nach **fünfzehn Minuten** ist der Mittelwert der FKG-Feilen bei 1,82 mA und damit signifikant ($p = 0,049$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,24 mA. Der Kerr-Wert liegt mit 1,63 mA sehr signifikant ($p = 0,007$) unter dem Mittelwert der Maillefer-Feilen. Auch der VDW-Mittelwert liegt mit 1,45 mA sehr signifikant ($p = 0,001$) unter dem Maillefer-Wert.

In der **zwanzigsten Minute** ist der Kerr-Wert mit 1,58 mA im Vergleich zum Mittelwert der Maillefer-Feilen mit 2,20 mA sehr signifikant ($p = 0,007$) geringer. Auch der VDW-Wert ist mit 1,46 mA sehr signifikant ($p = 0,003$) unter dem Mittelwert der Maillefer-Feilen. Außerdem liegt der VDW-Mittelwert signifikant ($p = 0,031$) unter dem FKG-Wert von 1,93 mA.

Die restlichen Werte der vier Firmen unterscheiden sich im Vergleich untereinander nicht signifikant ($p > 0,05$).

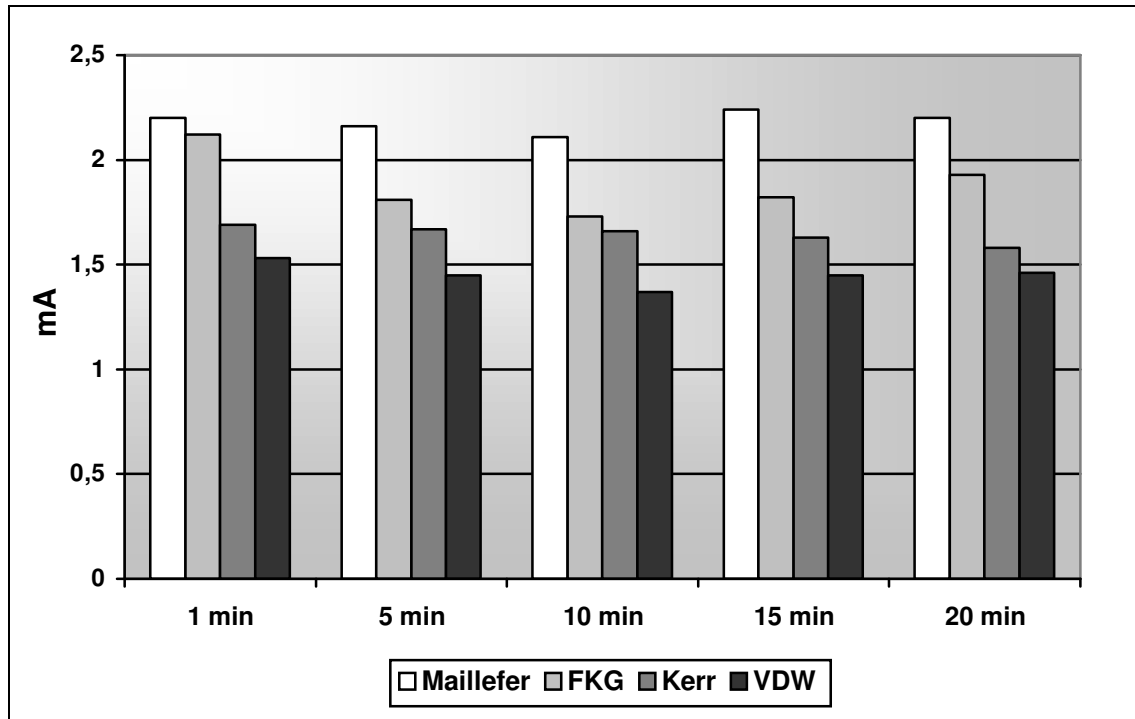


Abb. 35: Vergleich der Mittelwerte der Stromstärke (mA) aller vier Hersteller bei 5%iger NaOCl-Lösung und einer Spannung von 0,78V.

	1 min	5 min	10 min	15 min	20 min
Maillefer	2,76	2,64	2,64	2,83	2,98
FKG	2,67	2,31	2,45	2,67	3,06
Kerr	2,42	2,41	2,40	2,50	2,69
VDW	2,13	2,22	2,22	2,37	2,48

Abb. 36: Vergleich der Mittelwerte der Stromstärke (mA) aller vier Hersteller bei 7%iger NaOCl-Lösung und einer Spannung von 0,78V.

Nach **einer Minute** liegt der Mittelwert der gemessenen Stromstärke der Kerr-Feilen mit 2,42 mA signifikant ($p = 0,033$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,76 mA. Der Mittelwert der VDW-Feilen liegt mit 2,13 mA sehr signifikant ($p = 0,002$) unter den Maillefer-Feilen. Außerdem ist der VDW-Wert sehr signifikant ($p = 0,005$) unter dem FKG-Mittelwert mit 2,67 mA und signifikant ($p = 0,041$) unter dem Kerr-Wert mit 2,42 mA.

In der **fünften Minute** liegt der Mittelwert der FKG-Feilen mit 2,31 mA sehr signifikant ($p = 0,005$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,64 mA. Der Kerr-Mittelwert liegt mit 2,41 mA signifikant ($p = 0,036$) unter den Maillefer-Feilen. Der VDW-Wert ist mit 2,22 mA signifikant ($p = 0,013$) unter dem Maillefer-Wert. In der **zehnten Minute** ist der VDW-Mittelwert mit 2,22 mA sehr signifikant ($p = 0,01$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,64 mA.

Nach **fünfzehn Minuten** ist der Mittelwert der VDW-Feilen bei 2,37 mA und damit signifikant ($p = 0,013$) unter den Maillefer-Feilen mit 2,83 mA.

In der **zwanzigsten Minute** ist der VDW-Wert mit 2,48 mA im Vergleich zum Mittelwert der Maillefer-Feilen mit 2,98 mA signifikant ($p = 0,025$) geringer. Außerdem ist der VDW-Wert sehr signifikant ($p = 0,005$) unter dem Mittelwert der FKG-Feilen mit 3,06 mA.

Die restlichen Werte der vier Firmen unterscheiden sich im Vergleich untereinander nicht signifikant ($p > 0,05$).

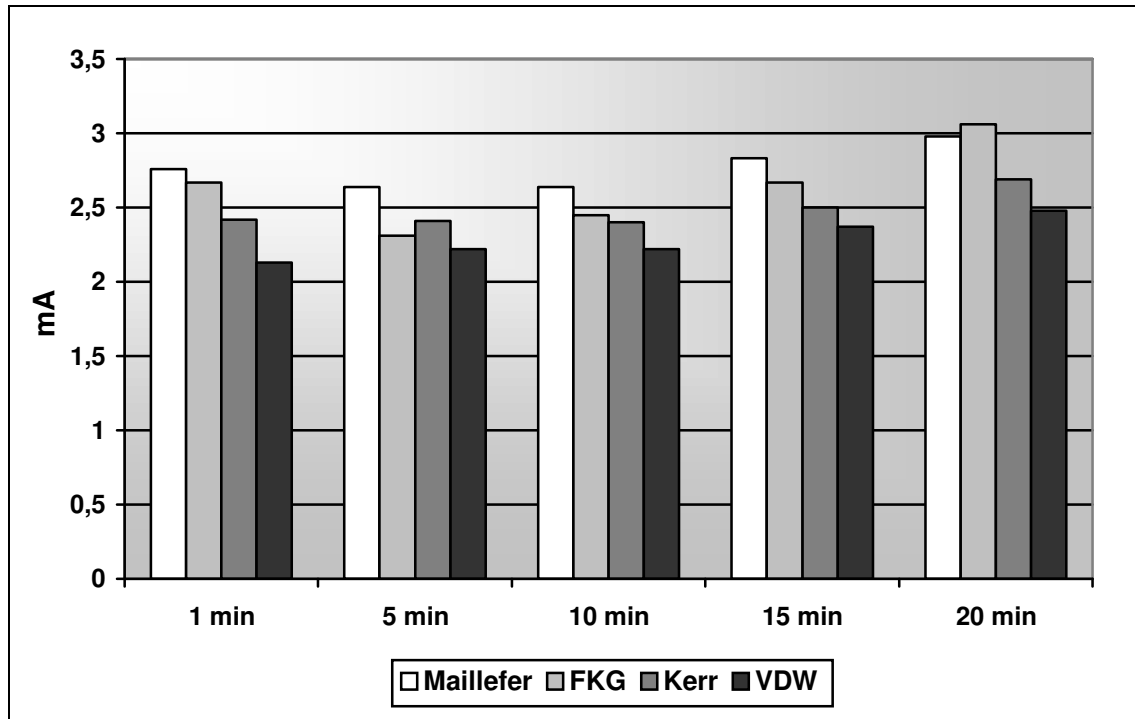


Abb. 37: Vergleich der Mittelwerte der Stromstärke (mA) aller vier Hersteller bei 7%iger NaOCl-Lösung und einer Spannung von 0,78V.

5.1.2. Turnbells-Blau Test

Mit diesem Test wurde gezeigt, ob sich Fe^{2+} - bzw. Fe^{3+} - Ionen aus der Feilenoberfläche lösen, wenn sich das Instrument in salzhaltiger Lösung befindet. Somit konnte die Korrosionsanfälligkeit der Feile sichtbar gemacht werden. Durch Auszählung der blauen Auflagerungen unmittelbar nach der Durchführung des Versuches war es möglich, Aussagen in Form einer ersten Einschätzung, zur Korrosionsanfälligkeit der jeweiligen Feilenmarke zu treffen.

	Feile Nr.1	Feile Nr.2	Feile Nr.3	Feile Nr.4	Feile Nr.5	Feile Nr.6
Maillefer	1	2	1	0	2	3
FKG	1	0	0	0	0	1
Kerr	1	1	1	0	0	1
VDW	9	4	2	7	4	3

Abb. 38: Anzahl der blauen Auflagerungen am Arbeitsteil der untersuchten Feilen

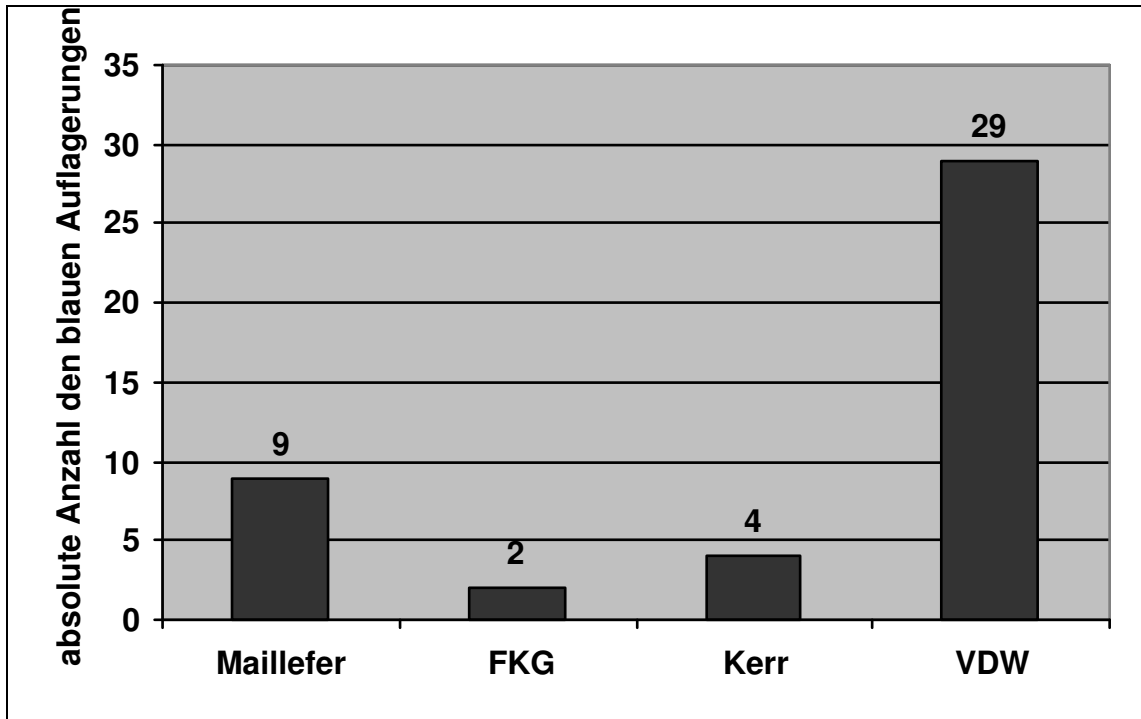


Abb. 39: absolute Anzahl der Auflagerungen der vier Feilenmarken

Die Feilen der Firma VDW wiesen bei diesem Versuch wesentlich mehr blau gefärbte Auflagerungen auf als die anderen Feilen der Untersuchung.

Aufgrund der geringen Fallzahl war keine aussagekräftige statistische Auswertung möglich. Die Statistik bleibt somit rein deskriptiv.

5.1.3. REM-Untersuchung

Bewertet wurden die aufgenommenen rasterelektronenmikroskopischen Bilder der drei Feilengruppen in Bezug auf ihre Oberflächenauffälligkeiten vor und nach dem Durchlaufen der Belastungszyklen. Gruppe I wurde keinem Belastungszyklus ausgesetzt. Gruppe II und III durchliefen einen beziehungsweise fünf Belastungszyklen. Das Versuchsdesign entsprach dem der Hauptuntersuchung.

Feilengruppen	saubere Oberfläche	Oberflächenveränderungen	Korrosion
Gruppe I.	28,40% (23/81)	71,60% (58/81)	0,0% (0/81)
Gruppe II	25,30% (21/83)	74,70% (62/83)	0,0% (0/83)
Gruppe III	27,16% (22/81)	72,84% (59/81)	0,0% (0/81)

Abb. 40: prozentualer Anteil an Aufnahmen, die bereits vor dem Durchlaufen der Zyklen Oberflächenveränderungen zeigten.
Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit Oberflächenveränderungen und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen.

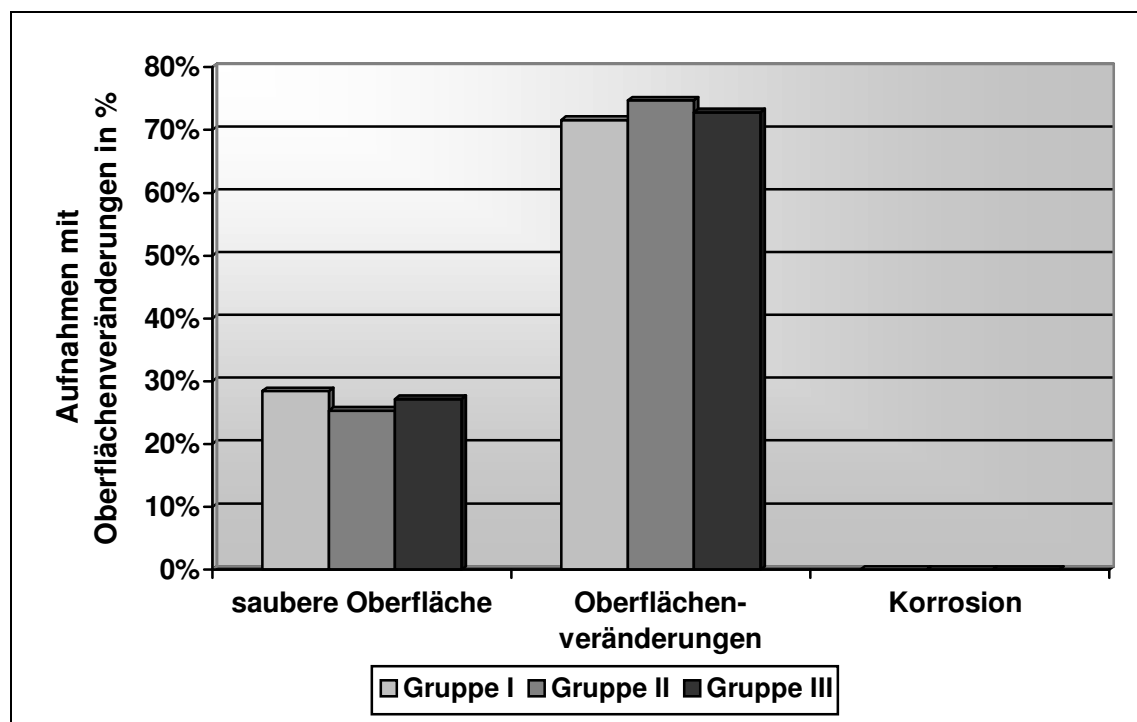


Abb. 41: prozentualer Anteil an Aufnahmen, die bereits vor dem Durchlaufen der Zyklen Oberflächenveränderungen zeigten

Der Anteil an sauberen Oberflächen, bevor die Feilen die Belastungszyklen durchlaufen haben, ist in allen drei Gruppen mit 28,4%, 25,3% und 27,16% ähnlich.

Bereits zu diesem Zeitpunkt wiesen mit 71,6%, 74,7% und 72,84% in den drei Gruppen erstaunlich viele Feilenoberflächen Oberflächenveränderungen auf.

Korrosion konnte in keiner der Aufnahmen festgestellt werden.

Feilengruppen	saubere Oberfläche	Oberflächenveränderungen	Korrosion
I: keine Behandlg.	28,40% (23/81)	71,60% (58/81)	0,0% (0/81)
II: ein Zyklus	20,73% (17/82)	79,27% (65/82)	0,0% (0/82)
III: fünf Zyklen	31,58% (24/76)	68,42% (52/76)	0,0% (0/76)

Abb. 42: prozentualer Anteil an Aufnahmen, die nach den Behandlungszyklen Oberflächenveränderungen zeigten. Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Zahl der Aufnahmen mit Oberflächenveränderungen und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen.

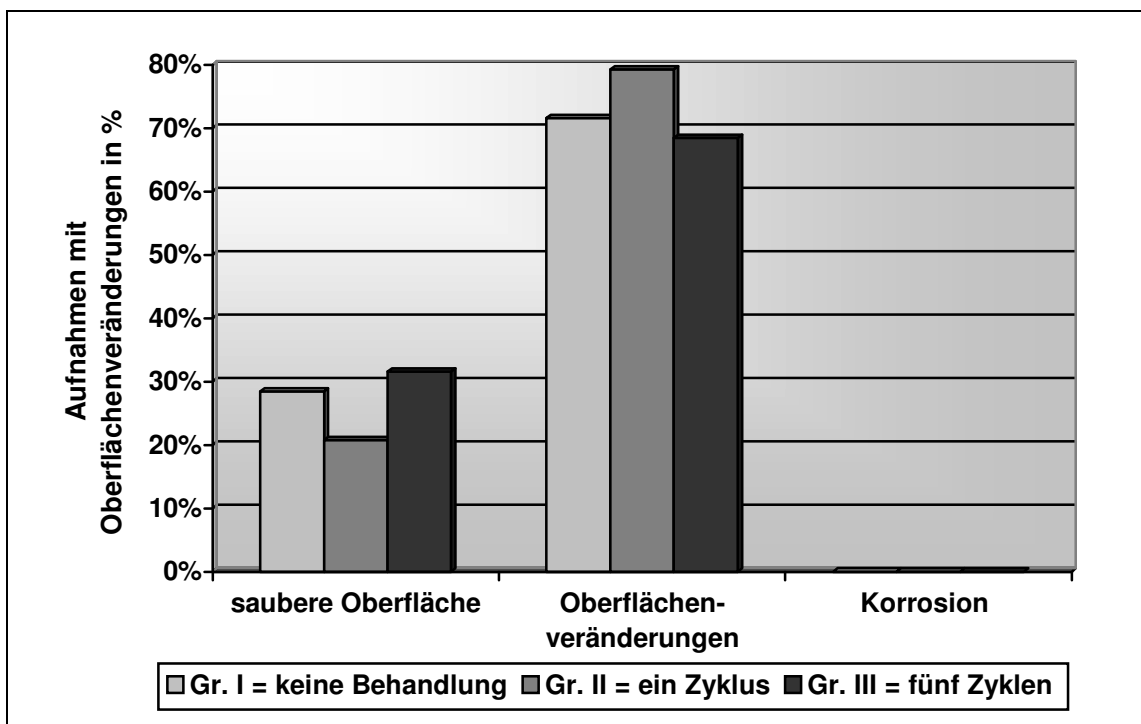


Abb. 43: prozentualer Anteil an Aufnahmen, die Oberflächenveränderungen zeigten

Der Anteil der sauberen Oberflächen bei den Feilen aus Gruppe I ohne Behandlungszyklus blieb bei 28,40%.

Bei den Feilen der Gruppe II sinkt der Anteil der sauberen Oberflächen nach einem Belastungszyklus von 25,3% auf 20,73%. Dementsprechend stieg der Anteil der verschmutzten Oberflächen von 74,7% auf 79,27%.

Die Feilen aus Gruppe III weisen nach dem Durchlaufen der fünf Belastungszyklen eine höhere Zahl an sauberen Oberflächen auf. Zeigten sie vorher 27,16% saubere Oberflächen, so waren es jetzt 31,58%. Folglich fiel der Anteil an beschmutzten Oberflächen von 72,84% auf 68,42%.

Korrosion konnte auch hier in keiner der Aufnahmen festgestellt werden.

5.2. Hauptversuch

5.2.1. Energiedispersive Röntgenanalyse

Die ausgewählten Feilen mit den markanten Veränderungen der Oberfläche vom Typ 1 bis 9 wurden mit energiedispersiver Röntgenstrahlung untersucht. Dabei wurden Spektren aufgezeichnet, mit deren Hilfe sich genaue Aussagen treffen ließen, aus welchen chemischen Elementen sich die Oberflächenveränderungen der Feilen zusammensetzten.

Die Elemente Eisen, Chrom und Nickel wurden bei der Quantifizierung der Inhaltsstoffe der Feilenoberfläche nicht berücksichtigt, da sie in jeder Edelstahlfeile enthalten sind.

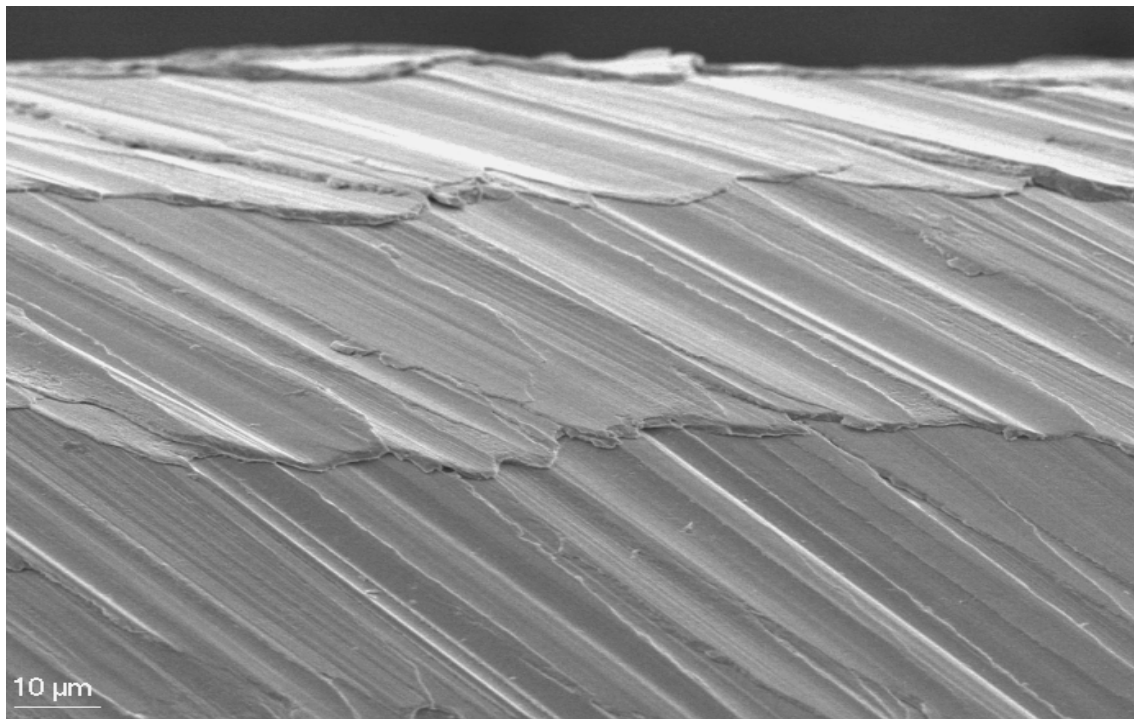


Abb. 44: unbehandelte Feilenoberfläche des Herstellers VDW

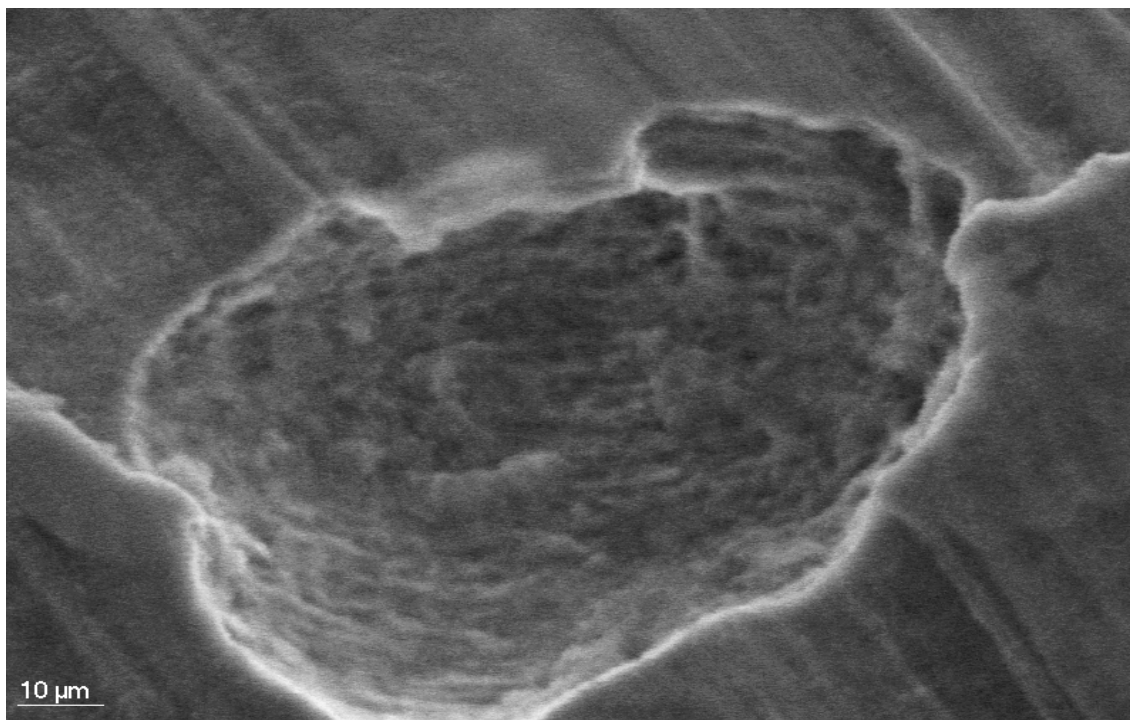


Abb. 45: Typ 1 = korrodierte Feilenoberfläche, Muldenkorrosion

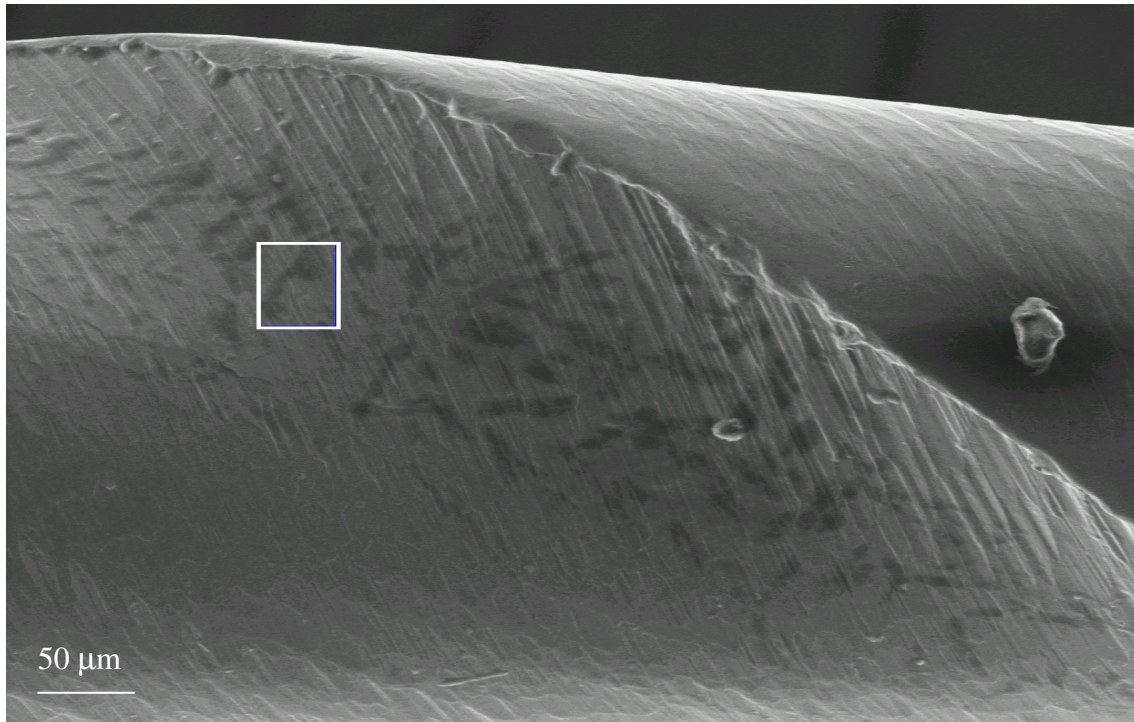


Abb. 46: Typ 2 = schwarze, nicht erhabene, stäbchenförmige Veränderungen im Spanraum neben der Schneidekante

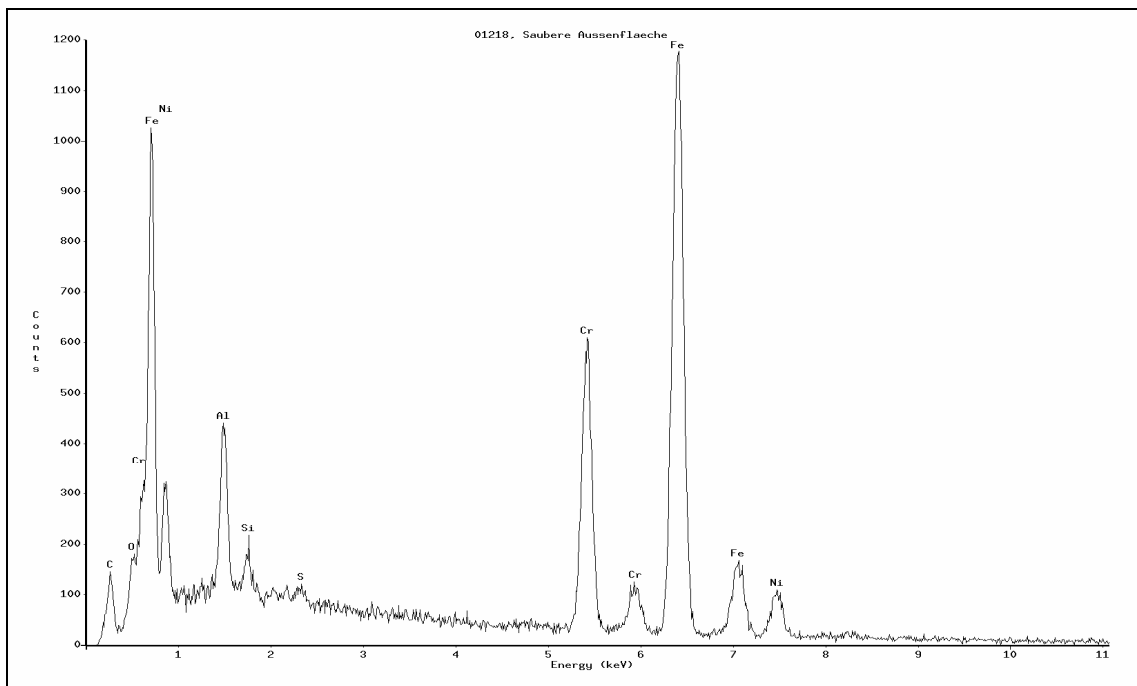


Abb. 47: EDX-Analyse von Typ 2 (Abb. 46), keine Korrosion

C 55,80 Massen% (+/- 0,55%)	→ organische Beläge
O 33,76 Massen% (+/- 0,87%)	→ organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
Na, Cl 4,42 Massen% (+/- 0,12%)	→ NaOCl-Spüllösung
Ca, P 0,28 Massen% (+/- 0,06%)	→ Zahnmaterial (Calciumapatit)
Al 1,35 Massen% (+/- 0,08%)	K 0,17 Massen% (+/- 0,05%)
Si 0,56 Massen% (+/- 0,08%)	S 3,50 Massen% (+/- 0,12%)

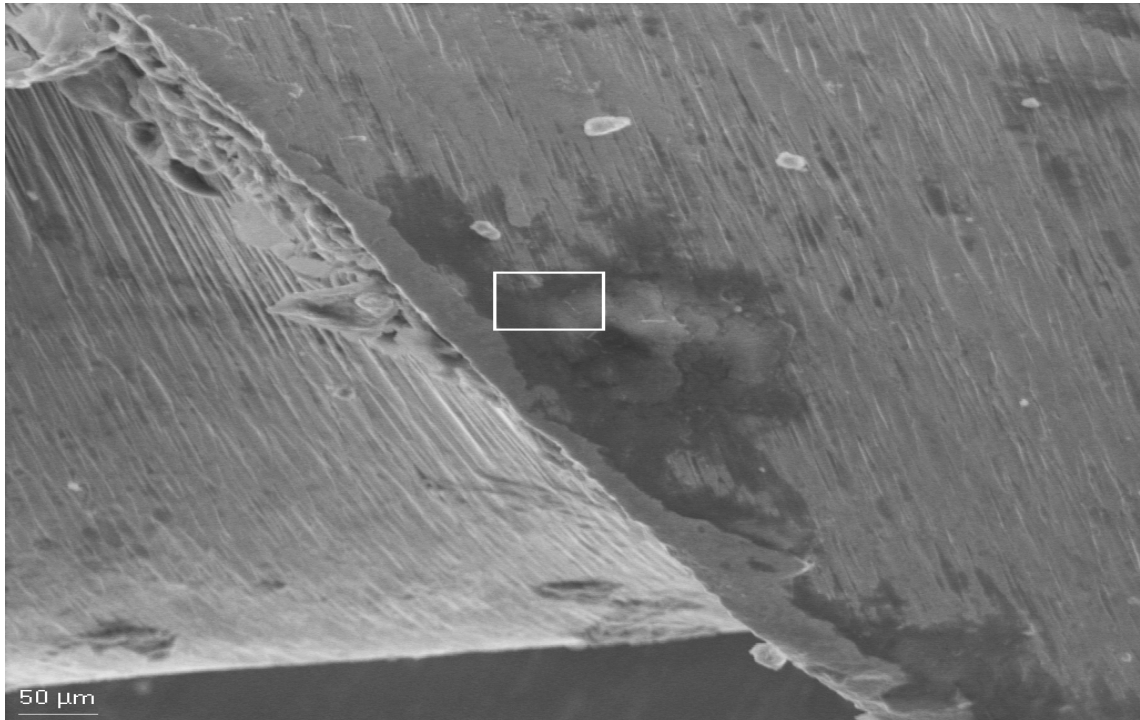


Abb. 48: Typ 3 = flächenhaft dunkel gefärbte, teils erhabene Areale auf der Schneidekante

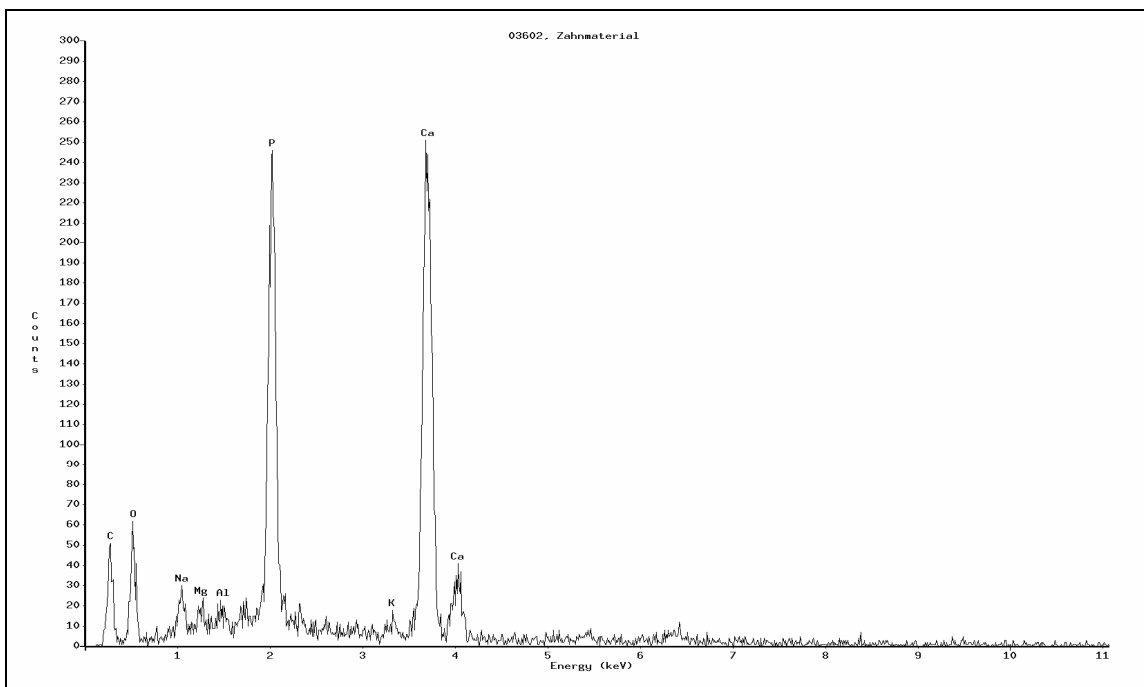


Abb. 49: EDX-Analyse von Typ 3 (Abb. 48), keine Korrosion

C 19,63 Massen% (+/- 0,97%)	→ organische Beläge
O 35,79 Massen% (+/- 1,54%)	→ organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
Na, Cl 2,04 Massen% (+/- 0,14%)	→ NaOCl-Spüllösung
Ca, P 40,47 Massen% (+/- 0,42%)	→ Zahnmaterial (Calciumapatit)
Al 0,31 Massen% (+/- 0,10%)	
K 0,79 Massen% (+/- 0,13%)	
Si 0,24 Massen% (+/- 0,11%)	
S 0,39 Massen% (+/- 0,13%)	
Mg 0,50 Massen% (+/- 0,12%)	

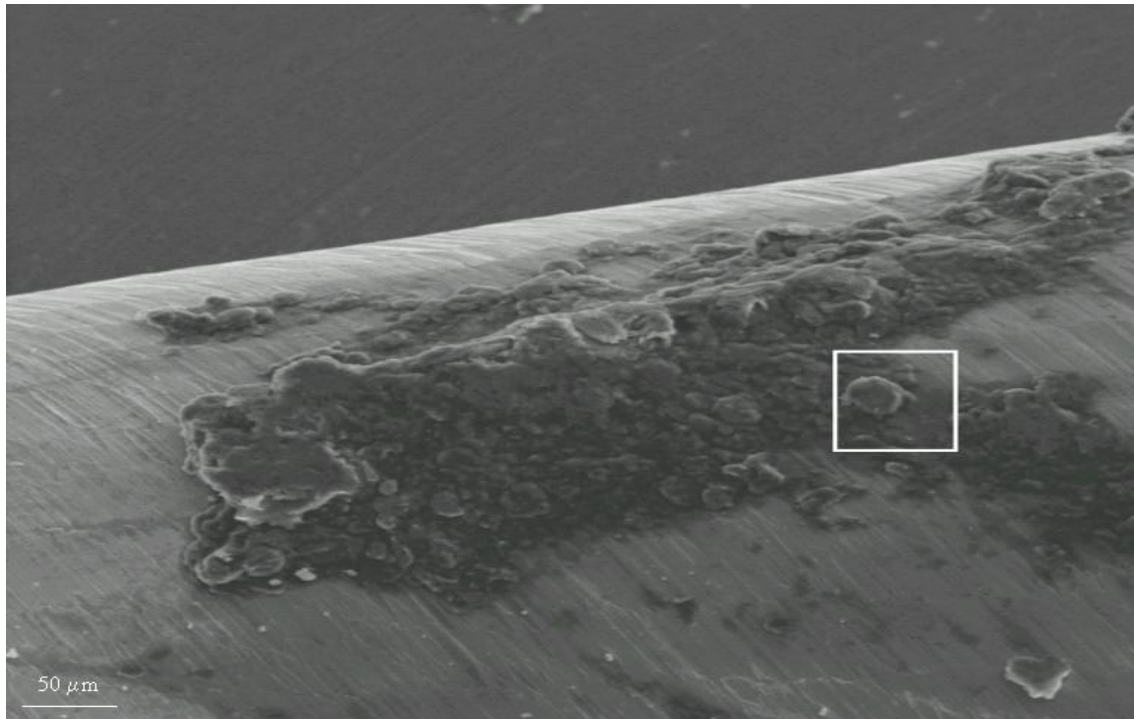


Abb. 50: Typ 4 = flächig erhabene, teils pustelartig strukturierte, scharf abgegrenzte dunkle Auflagerungen

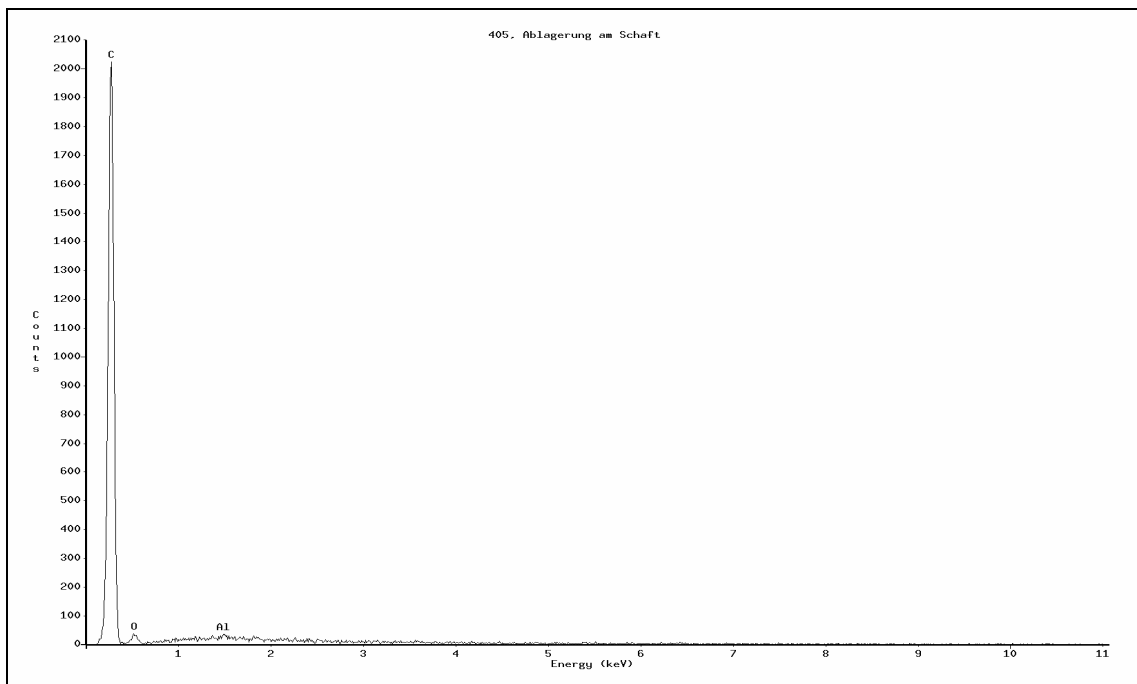


Abb. 51: EDX-Analyse von Typ 4 (Abb. 50), keine Korrosion
 C 93,75 Massen% (+/- 0,72%) → organische Beläge
 O 5,51 Massen% (+/- 1,54%) → organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
 Al 0,15 Massen% (+/- 0,05%)
 K 0,01 Massen% (+/- 0,05%)

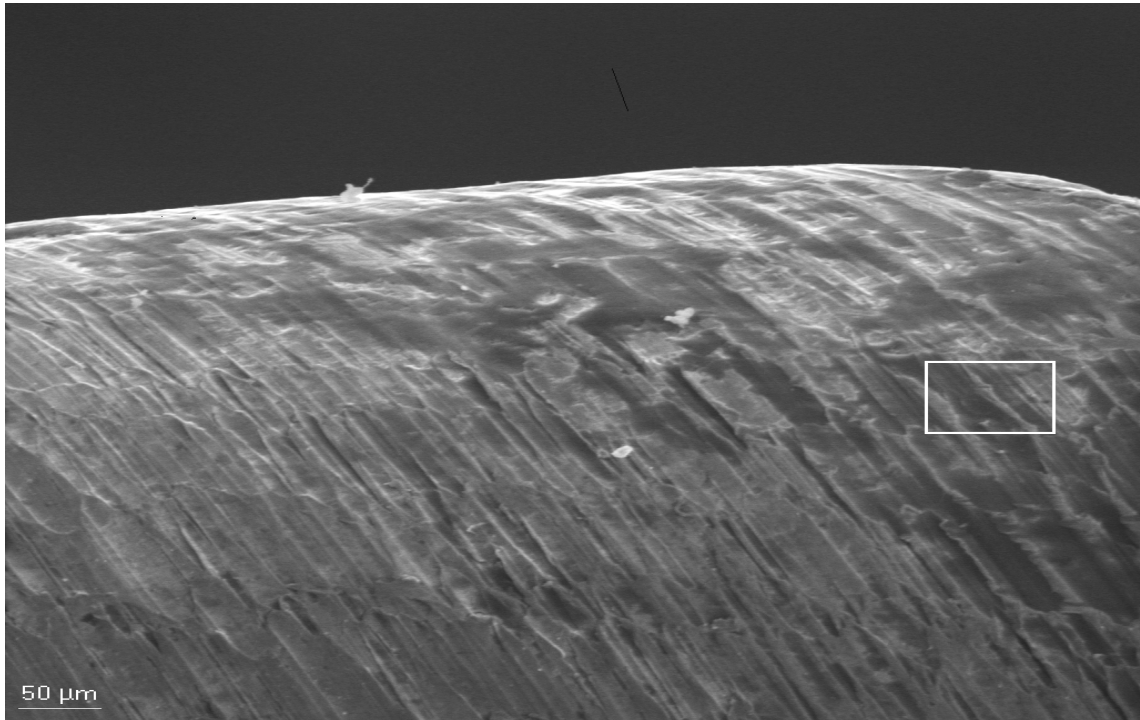


Abb. 52: Typ 5 = flächig-konfluierende nicht erhabene dunkle Verfärbung der Oberfläche

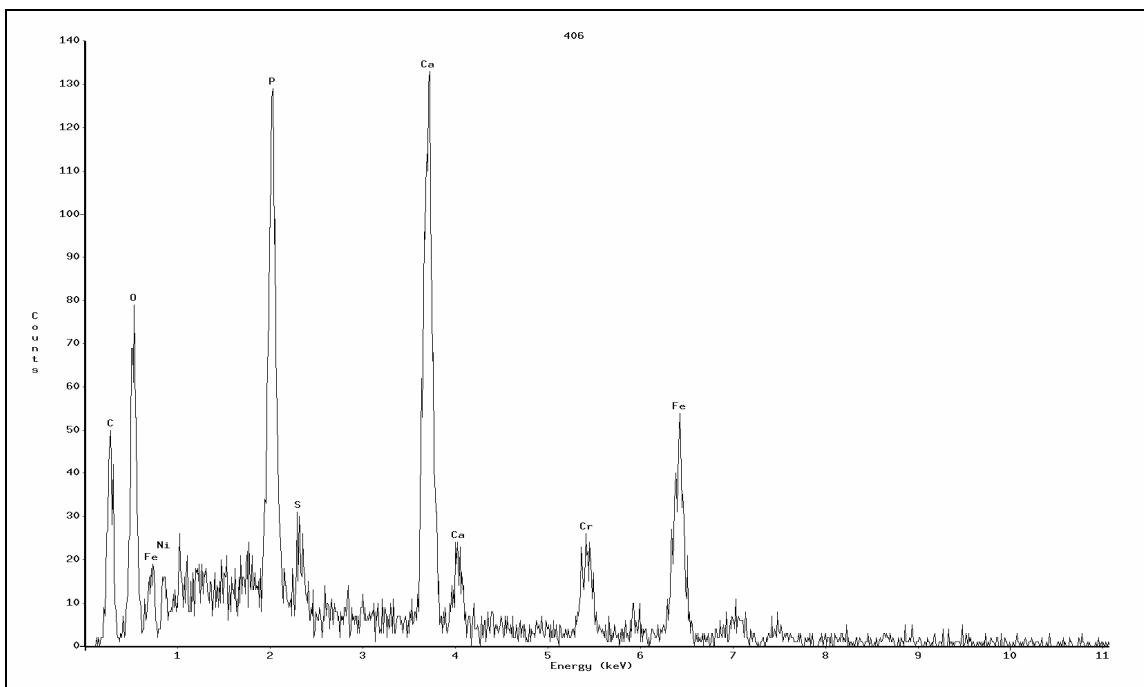


Abb. 53: EDX-Analyse von Typ 5 (Abb. 52), keine Korrosion

C 22,86 Massen% (+/- 1,14%)	→ organische Beläge
O 48,11 Massen% (+/- 3,38%)	→ organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
Na, Cl 1,13 Massen% (+/- 0,19%)	→ NaOCl-Spüllösung
Ca, P 25,84 Massen% (+/- 0,51%)	→ Zahnmaterial (Calciumapatit)
Al 0,12 Massen% (+/- 0,13%)	
K 0,03 Massen% (+/- 0,14%)	
Si 0,30 Massen% (+/- 0,13%)	
Mg 0,41 Massen% (+/- 0,15%)	
S 1,31 Massen% (+/- 0,17%)	

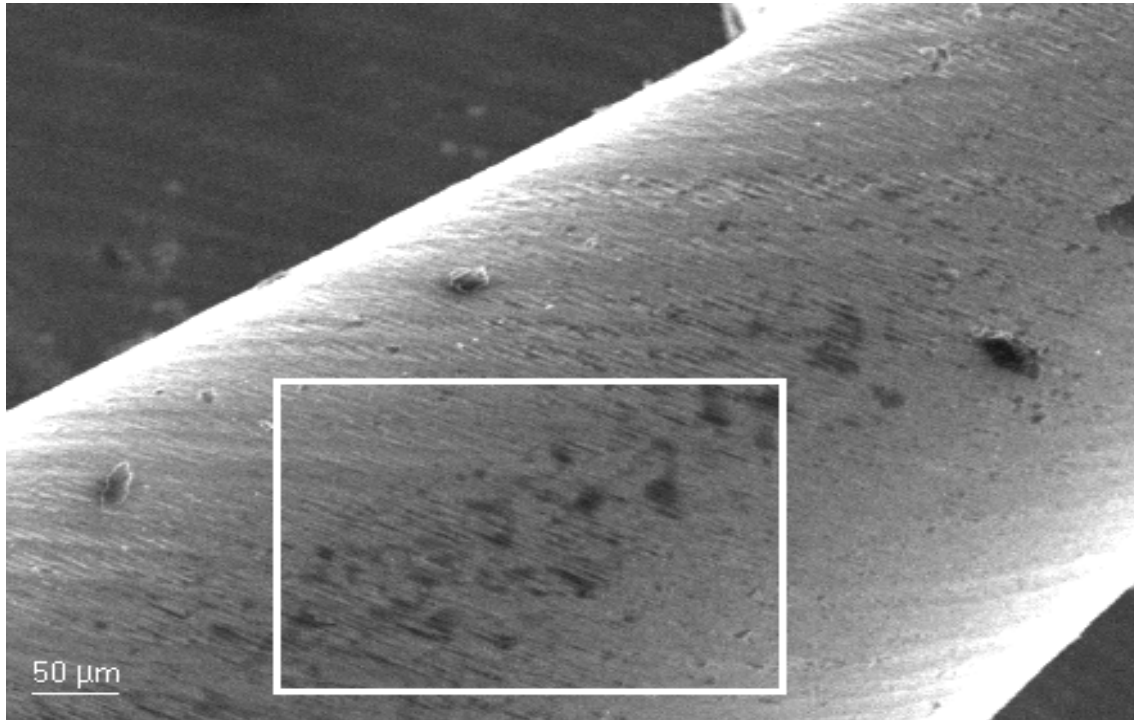


Abb. 54: Typ 6 = bandförmige dunkle nicht erhabene Oberflächenveränderungen in Feilenmitte

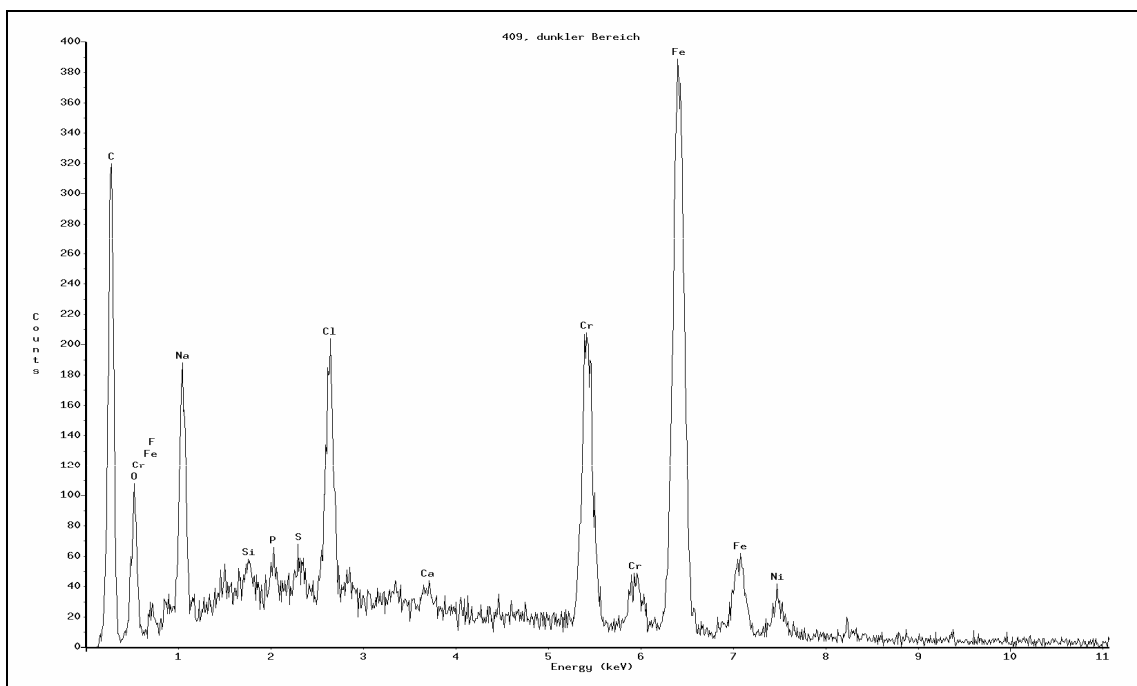


Abb. 55: EDX-Analyse von Typ 6 (Abb. 54), keine Korrosion

C 55,17 Massen:% (+/- 1,01%)	→ organische Beläge
O 29,13 Massen% (+/- 1,35%)	→ organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
Na, Cl 12,65 Massen% (+/- 0,22%)	→ NaOCl-Spüllösung
Ca, P 1,25 Massen% (+/- 0,13%)	→ Zahnmaterial (Calciumapatit)
Al 0,27 Massen% (+/- 0,08%)	
K 0,40 Massen% (+/- 0,14%)	
Si 0,45 Massen% (+/- 0,09%)	S 0,67 Massen% (+/- 0,11%)

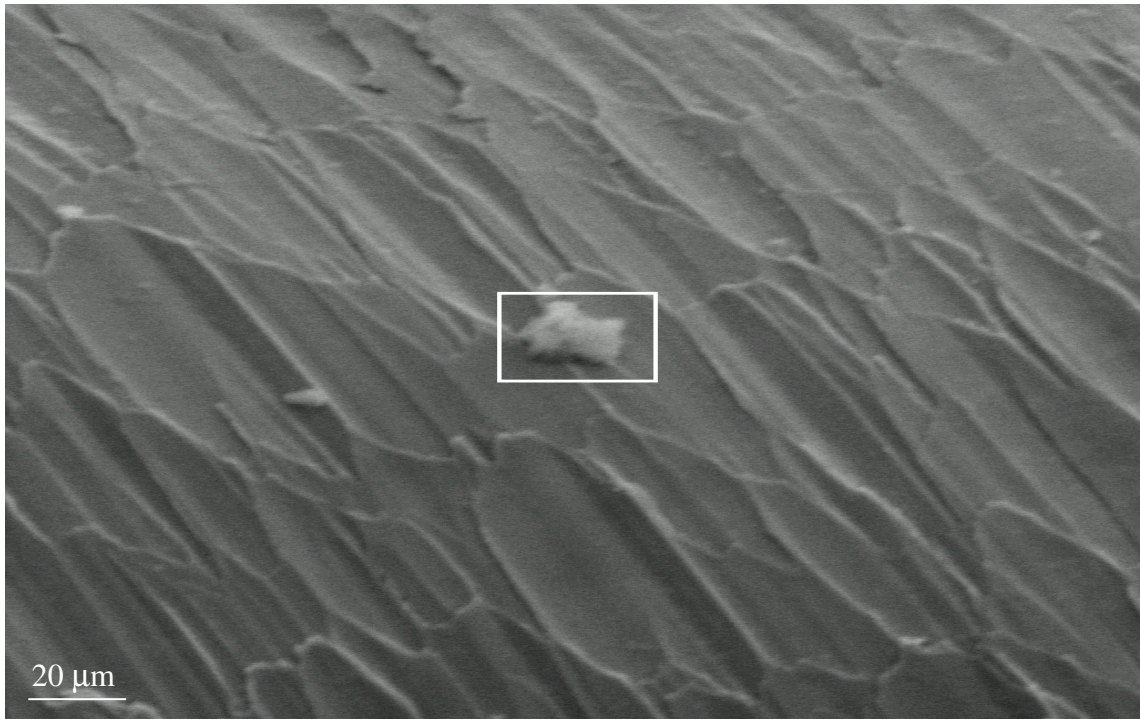


Abb. 56: Typ 7 = halbkugelig erhabenes, einzelnes stecknadelkopfgroßes Körnchen

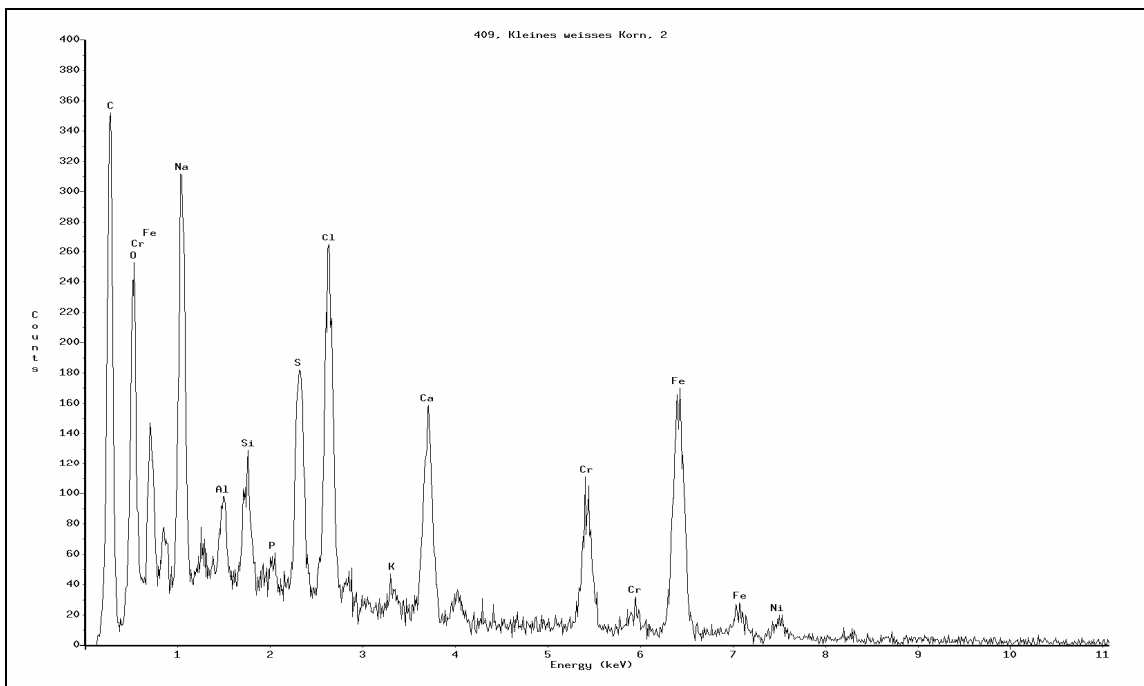


Abb. 57: EDX-Analyse von Typ 7 (Abb. 56), keine Korrosion

C 40,98 Massen% (+/- 0,79%)	→ organische Beläge
O 36,42 Massen% (+/- 1,03%)	→ organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
Na, Cl 12,21 Massen% (+/- 0,21%)	→ NaOCl-Spüllösung
Ca, P 4,63 Massen% (+/- 0,14%)	→ Zahnmaterial (Calciumapatit)
Al 0,73 Massen% (+/- 0,06%)	
K 0,41 Massen% (+/- 0,07%)	
Si 1,18 Massen% (+/- 0,10%)	
Mg 0,31 Massen% (+/- 0,09%)	
S 3,14 Massen% (+/- 0,15%)	

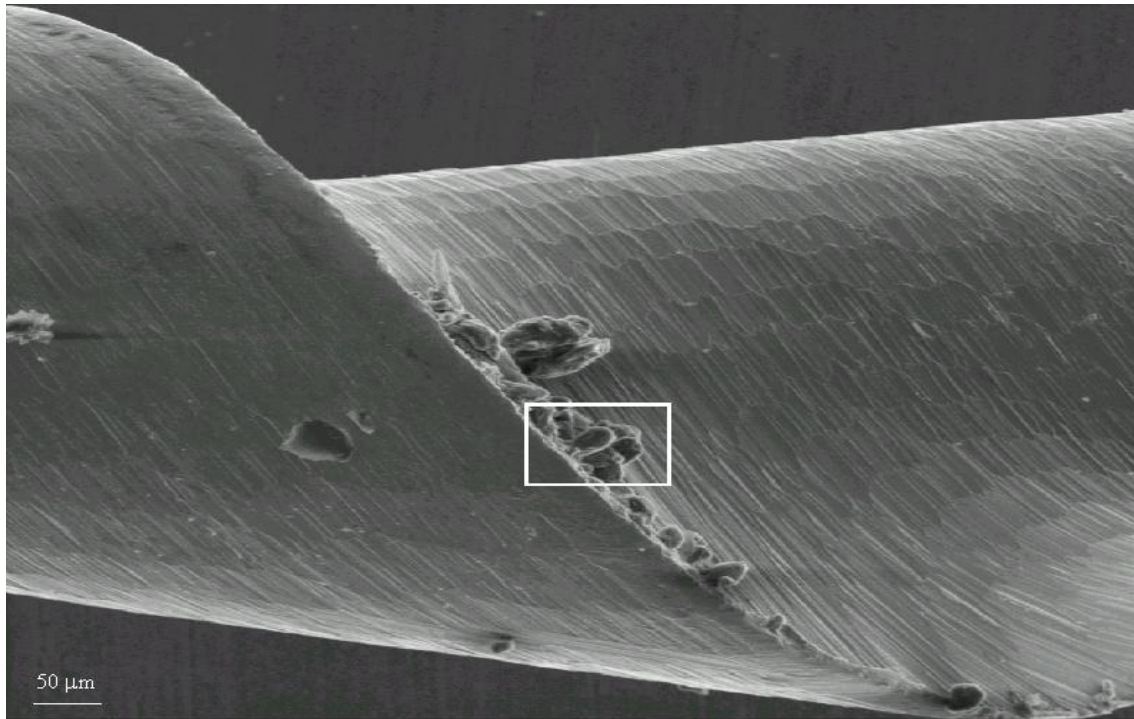


Abb. 58: Typ 8 = kugelig geformte Ansammlung von Ablagerungen neben der Schneidekante

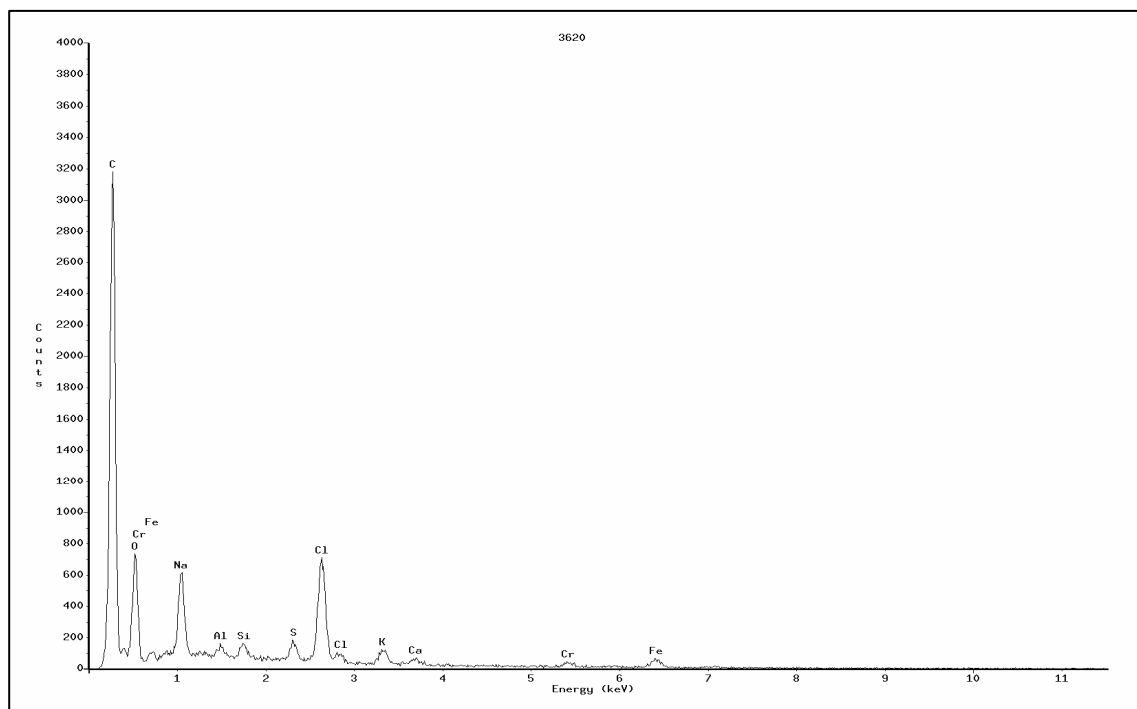


Abb. 59: EDX-Analyse von Typ 8 (Abb. 58), keine Korrosion

C 60,64 Massen% (+/- 0,44%)	→ organische Beläge
O 30,01 Massen% (+/- 0,48%)	→ organische Beläge, NaOCl-Spüllösung
Na, Cl 7,18 Massen% (+/- 0,06%)	→ NaOCl-Spüllösung
Ca 0,30 Massen% (+/- 0,03%)	→ Zahnmaterial (Calciumapatit)
Al 0,26 Massen% (+/- 0,02%)	
K 0,69 Massen% (+/- 0,03%)	
Si 0,37 Massen% (+/- 0,03%)	
S 0,56 Massen% (+/- 0,03%)	

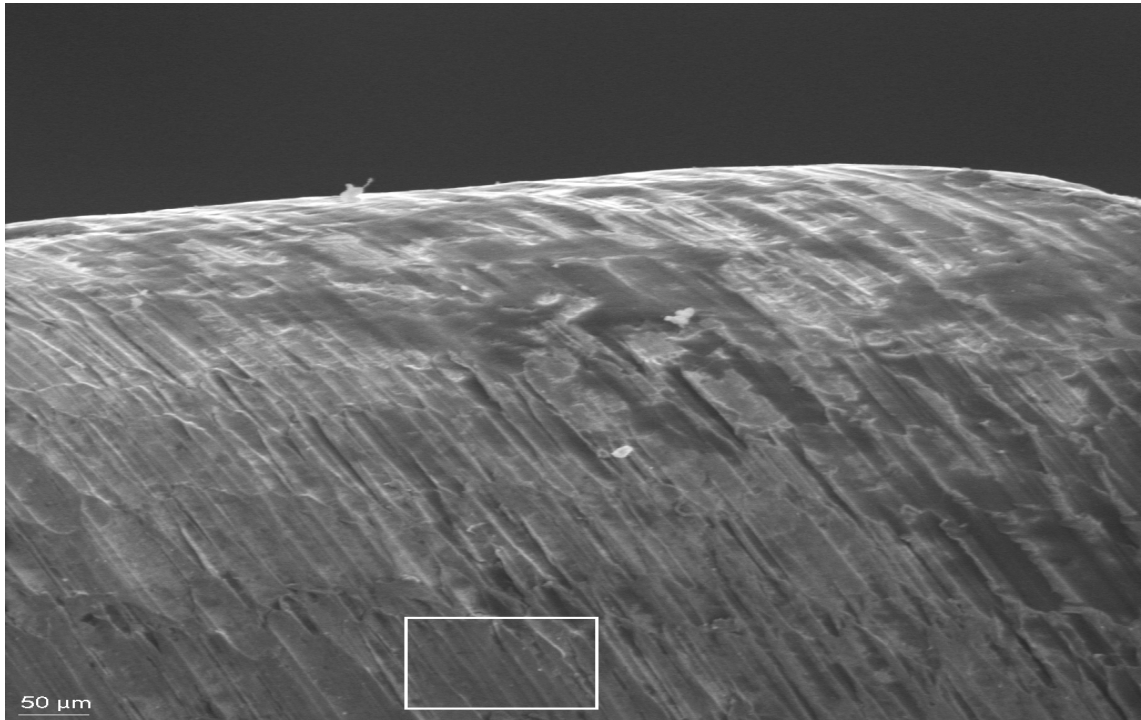


Abb. 60: Typ 9 = saubere Oberfläche

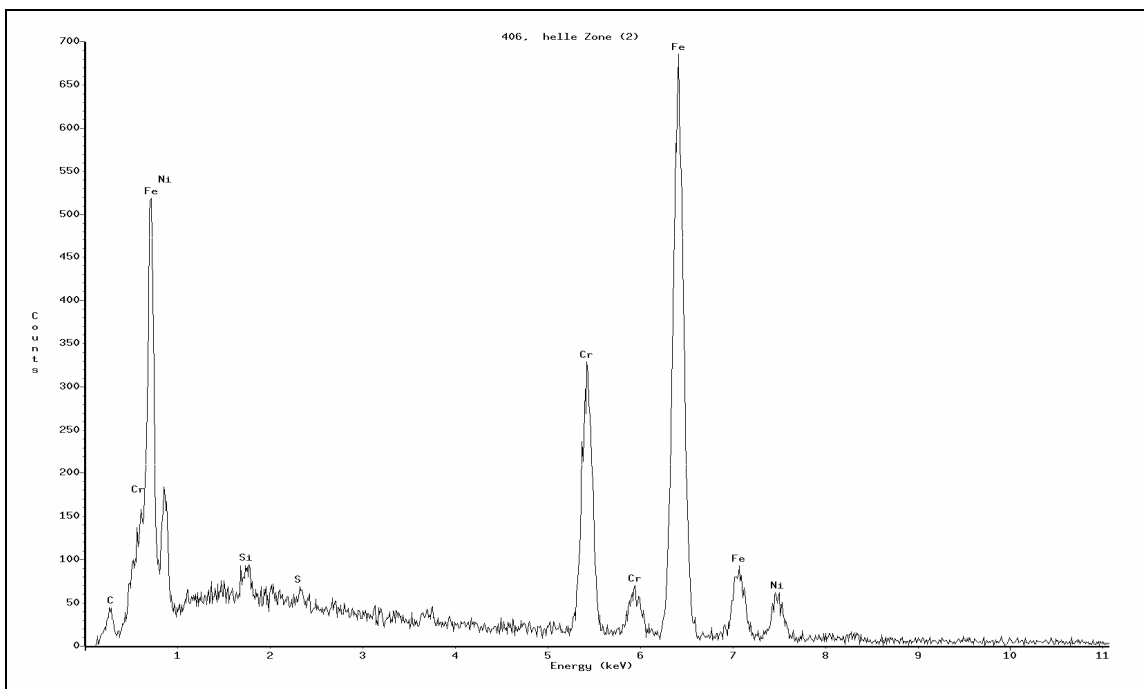


Abb. 61: EDX-Analyse von Typ 9 (Abb. 60),keine Korrosion
Untersuchte Oberfläche enthält Eisen (Fe), Nickel (Ni), Chrom (Cr), Silizium (Si) und Schwefel(S).

5.2.2. Hauptversuch

Es wurden die beispielhaft aufgenommenen Bilder der EDX-Analyse mit den REM-Bildern der Feilen aus dem Hauptversuch verglichen.

Dabei wurden die REM-Aufnahmen des Hauptversuches den festgestellten Typen von Oberflächenveränderungen zugeordnet. Dabei konnten auch mehrere Oberflächenveränderungstypen in einer Aufnahme festgestellt werden.

Maillefer	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
kein	0,00%	0,00%	0,00%	4,46%	0,00%	7,43%	4,46%	31,68%	52,97%
Zyklus	(0/202)	(0/202)	(0/202)	(9/202)	(0/202)	(15/202)	(9/202)	(64/202)	(107/202)
ein	0,00%	0,00%	1,99%	2,99%	10,95%	11,94%	9,95%	15,42%	54,73%
Zyklus	(0/201)	(0/201)	(4/201)	(6/201)	(22/201)	(24/201)	(20/201)	(31/201)	(110/201)
fünf	0,00%	5,47%	0,00%	1,00%	1,99%	3,98%	47,26%	11,94%	40,79%
Zyklen	(0/201)	(11/201)	(0/201)	(2/201)	(4/201)	(8/201)	(95/201)	(24/201)	(827/201)

Abb. 62: prozentuale Zuordnung der Aufnahmen der Maillefer-Feilen zu den Oberflächenveränderungstypen.

Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

FKG	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
kein	0,00%	0,00%	0,00%	9,00%	0,50%	32,00%	27,00%	12,00%	35,50%
Zyklus	(0/200)	(0/200)	(0/200)	(18/200)	(1/200)	(64/200)	(54/200)	(24/200)	(73/200)
ein	0,00%	16,00%	36,00%	0,00%	10,00%	24,00%	28,50%	12,50%	15,00%
Zyklus	(0/200)	(32/200)	(72/200)	(0/200)	(20/200)	(48/200)	(57/200)	(25/200)	(30/200)
fünf	0,00%	20,00%	0,00%	13,50%	4,00%	17,50%	15,50%	20,50%	42,50%
Zyklen	(0/200)	(40/200)	(0/200)	(27/200)	(8/200)	(35/200)	(31/200)	(41/200)	(85/200)

Abb. 63: prozentuale Zuordnung der Aufnahmen der FKG-Feilen zu den Oberflächenveränderungstypen.

Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

Kerr	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
kein Zyklus	0,00% (0/207)	0,00% (0/207)	9,66% (20/207)	0,48% (1/207)	1,45% (3/207)	20,30% (42/207)	17,39% (36/207)	57,49% (119/207)	24,64% (51/207)
ein Zyklus	0,00% (0/207)	0,00% (0/207)	24,15% (50/207)	5,31% (11/207)	53,62% (111/207)	0,00% (0/207)	10,63% (22/207)	12,56% (26/207)	22,71% (47/207)
fünf Zyklen	0,00% (0/203)	0,00% (0/203)	0,49% (1/203)	7,88% (16/203)	0,00% (0/203)	0,98% (2/203)	33,00% (67/203)	16,26% (33/203)	51,23% (104/203)

Abb. 64: prozentuale Zuordnung der Aufnahmen der Kerr-Feilen zu den Oberflächenveränderungstypen.

Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

VDW	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
kein Zyklus	0,00% (0/204)	0,00% (0/204)	0,00% (0/204)	0,00% (0/204)	0,00% (0/204)	4,41% (9/204)	4,90% (10/204)	41,67% (85/204)	49,02% (100/204)
ein Zyklus	0,00% (0/203)	9,85% (20/203)	5,91% (12/203)	17,24% (35/203)	24,14% (49/203)	0,00% (0/203)	16,75% (34/203)	8,37% (17/203)	25,61% (52/203)
fünf Zyklen	0,00% (0/198)	1,52% (3/198)	0,00% (0/198)	3,03% (6/198)	21,71% (43/198)	0,00% (0/198)	48,99% (97/198)	0,00% (0/198)	42,93% (85/198)

Abb. 65: prozentuale Zuordnung der Aufnahmen der VDW-Feilen zu den Oberflächenveränderungstypen.

Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

Maillefer	kein Zyklus	ein Zyklus	fünf Zyklen
Korrosion (Typ 1)	0,00% (0/202)	0,00% (0/201)	0,00% (0/201)
verschmutzte Oberflächen (Typ 2-8)	47,03% (95/202)	45,27% (91/201)	59,21% (119/201)

Abb. 66: prozentuale Angabe der Aufnahmen der Maillefer-Feilen, die korrodierte oder verschmutzte Oberflächen aufwiesen. Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

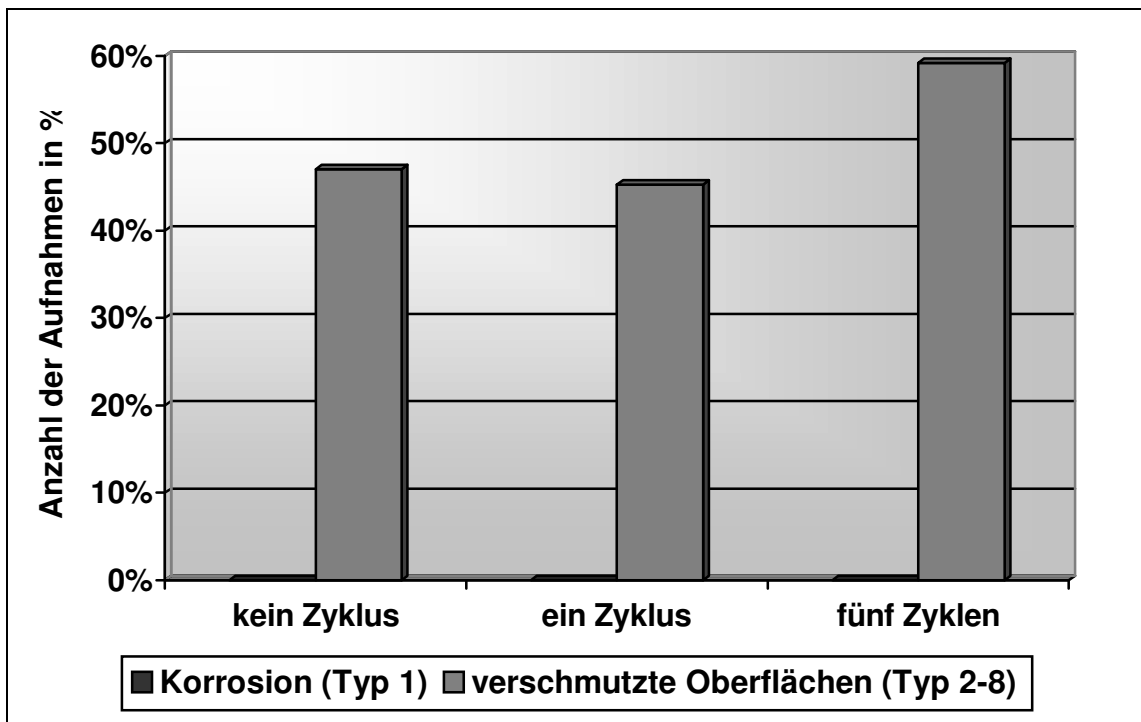


Abb. 67: prozentuale Angabe der Aufnahmen der Maillefer-Feilen, die verschmutzte oder korrodierte Oberflächen aufwiesen.

In der Gruppe der Maillefer-Feilen konnte keine Korrosion festgestellt werden. Während die Feilen, welche keinen Belastungszyklus durchliefen, einen Anteil von 47,03% an verschmutzten Oberflächen aufweisen, sinkt dieser Anteil bei den Feilen, welche einen Zyklus durchlaufen haben, auf 45,27%. Die Anzahl der verschmutzten Oberflächen steigt jedoch wieder bei der Gruppe mit fünf Belastungszyklen auf 59,21% an.

FKG	kein Zyklus	ein Zyklus	fünf Zyklen
Korrosion (Typ1)	0,00% (0/200)	0,00% (0/200)	0,00% (0/200)
verschmutzte Oberflächen (Typ 2-8)	64,50% (127/200)	85,00% (170/200)	57,50% (115/200)

Abb. 68: prozentuale Angabe der Aufnahmen der FKG-Feilen, die korrodierte oder verschmutzte Oberflächen aufweisen. Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

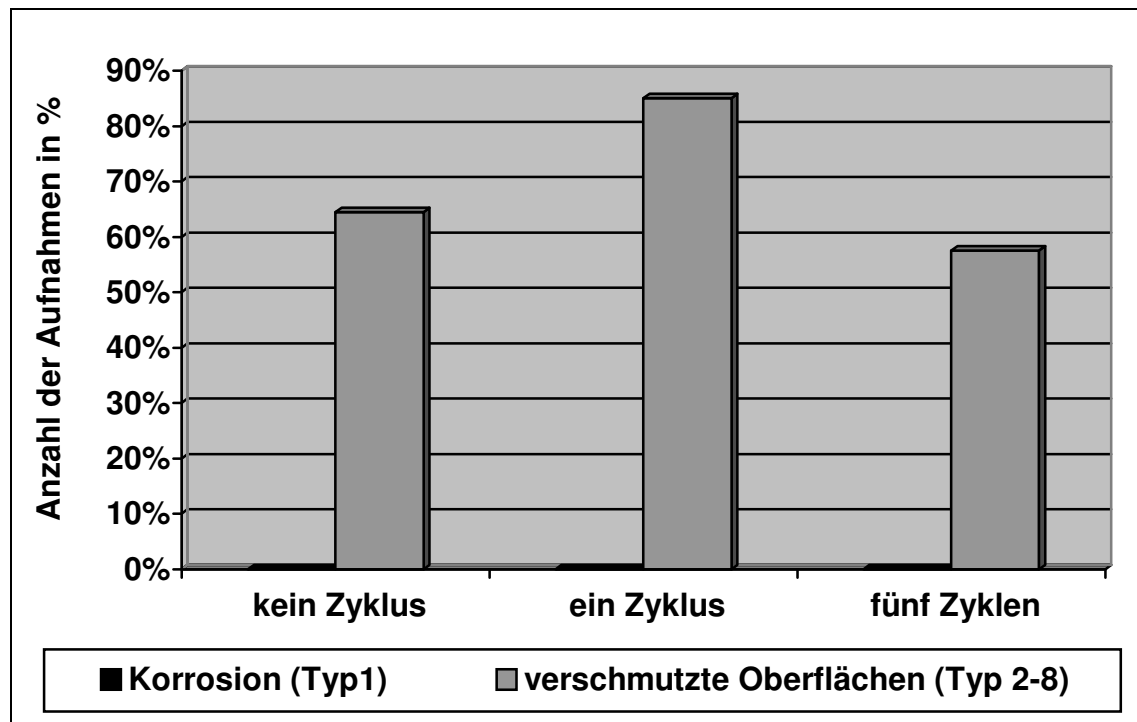


Abb. 69: prozentuale Angabe der Aufnahmen der FKG-Feilen, die verschmutzte oder korrodierte Oberflächen aufwiesen.

In der Gruppe der FKG-Feilen ist keine Korrosion feststellbar. Die Feilen, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen einen Anteil von 64,50% an Aufnahmen mit verschmutzten Oberflächen auf. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus steigt dieser Anteil auf 85,00% an. Er sinkt jedoch wieder auf 57,50% bei den Feilen mit fünf Belastungszyklen.

Kerr	kein Zyklus	ein Zyklus	fünf Zyklen
Korrosion (Typ 1)	0,00% (0/207)	0,00% (0/207)	0,00% (0/203)
verschmutzte Oberflächen (Typ 2-8)	75,36% (156/207)	77,29% (160/207)	48,77% (99/203)

Abb. 70: prozentuale Angabe der Aufnahmen der Kerr-Feilen, die korrodierte oder verschmutzte Oberflächen aufwiesen. Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

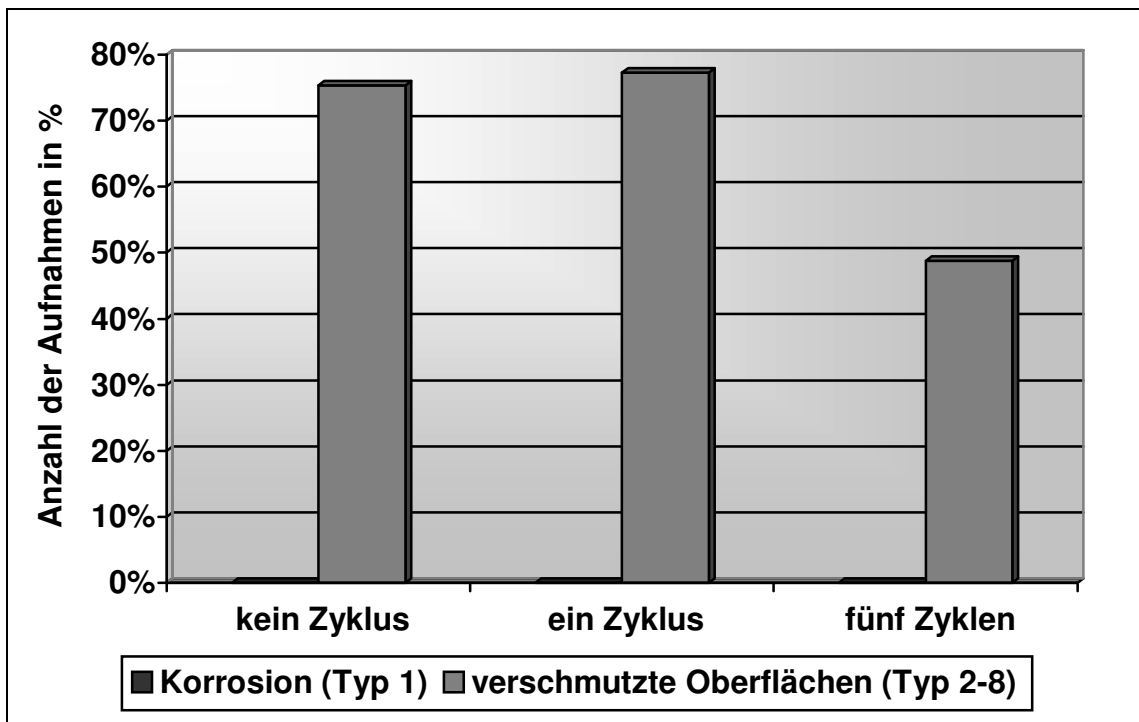


Abb. 71: prozentuale Angabe der Aufnahmen der Kerr-Feilen, die verschmutzte oder korrodierte Oberflächen aufwiesen.

In der Gruppe der Kerr-Feilen ist keine Korrosion feststellbar. Die Feilen, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen einen Anteil von 75,36% an Aufnahmen mit verschmutzten Oberflächen auf. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus steigt dieser Anteil auf 77,29% an. Er sinkt jedoch wieder auf 48,77% bei den Feilen mit fünf Belastungszyklen.

VDW	kein Zyklus	ein Zyklus	fünf Zyklen
Korrosion (Typ 1)	0,00% (0/204)	0,00% (0/203)	0,00% (0/198)
verschmutzte Oberflächen (Typ 2-8)	50,98% (104/204)	74,39% (151/203)	57,07% (113/198)

Abb. 72: prozentuale Angabe der Aufnahmen der VDW-Feilen, die korrodierte oder verschmutzte Oberflächen aufwiesen. Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Anzahl der Aufnahmen mit der jeweiligen Oberflächenveränderung und nach dem Schrägstrich die absolute Anzahl der Aufnahmen dieser Feilengruppe.

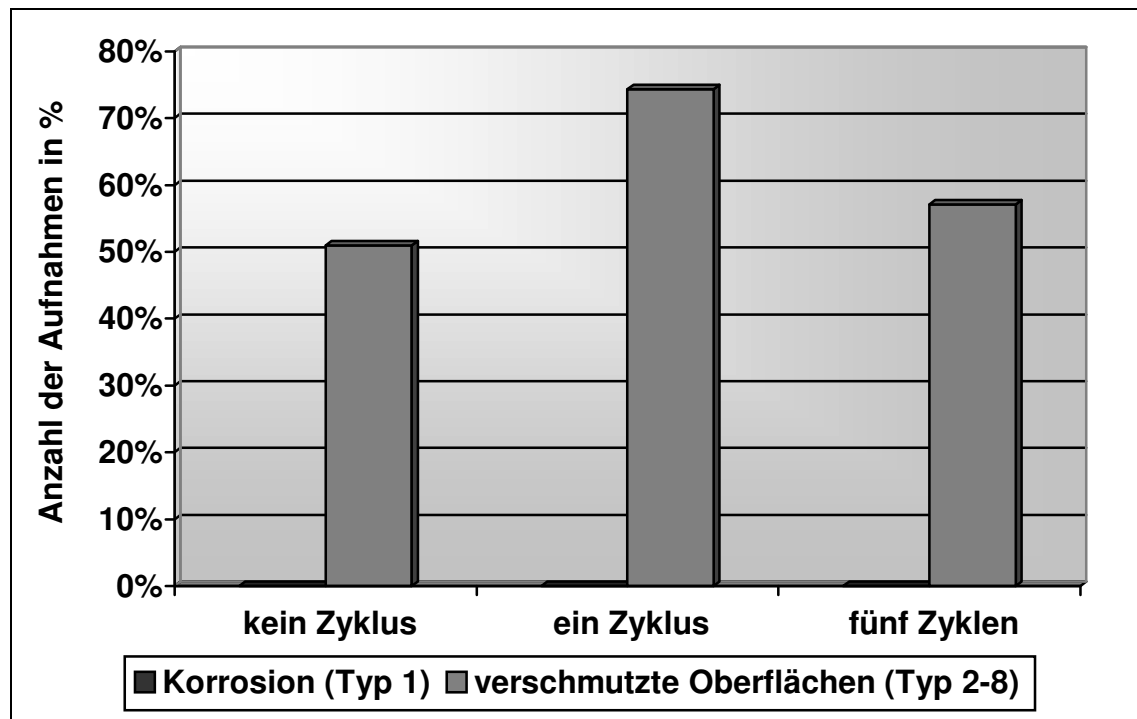


Abb. 73: prozentuale Angabe der Aufnahmen der VDW-Feilen, die verschmutzte oder korrodierte Oberflächen aufwiesen.

In der Gruppe der VDW-Feilen ist keine Korrosion feststellbar. Die Feilen, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen einen Anteil von 50,98% an Aufnahmen mit verschmutzten Oberflächen auf. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus steigt dieser Anteil auf 74,39% an. Er sinkt jedoch wieder auf 57,07% bei den Feilen mit fünf Belastungszyklen.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	52,97% ((107/202)	35,50% (73/200)	24,64% (51/207)	49,02% (100/204)
ein Zyklus	54,73% (110/201)	15,00% (30/200)	22,71% (47/207)	25,61% (52/203)
fünf Zyklen	40,79% (82/201)	42,50% (85/200)	51,23% (104/203)	42,93% (85/198)

Abb. 74: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit sauberer Oberfläche (Typ 1) aller vier Marken im Vergleich

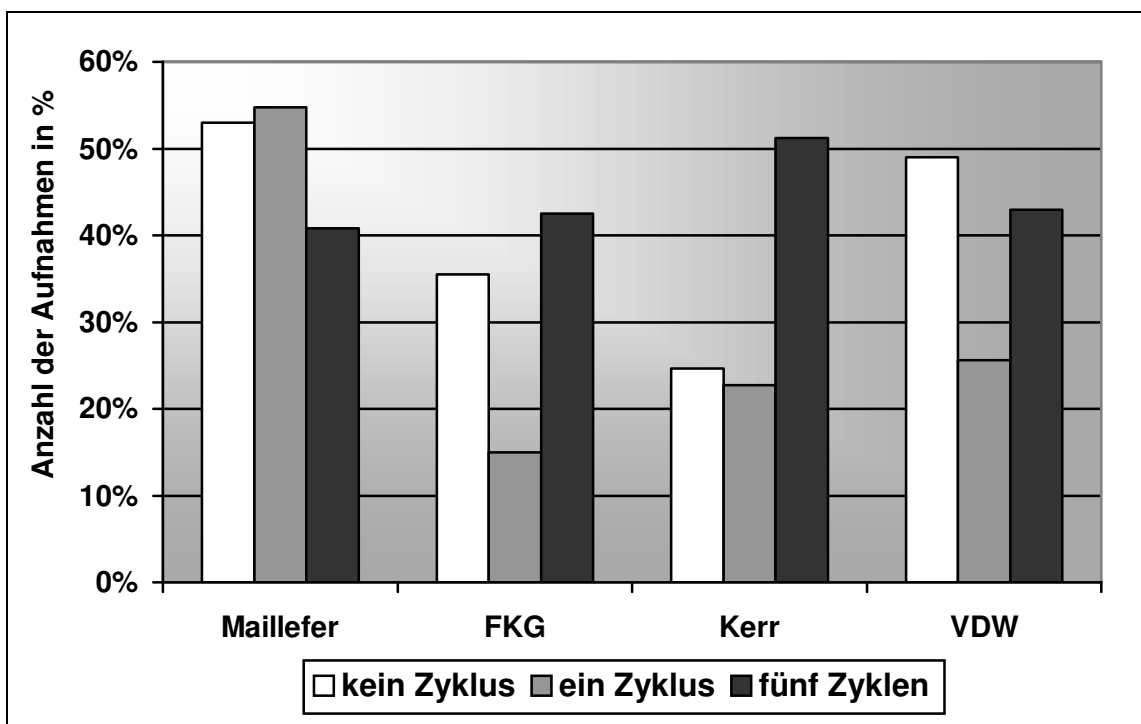


Abb. 75: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit sauberer Oberfläche (Typ 1) aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen der Firma Kerr, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen im Vergleich zu den anderen Feilenmarken mit 24,64% den geringsten Anteil an sauberen Oberflächen auf. Die Maillefer-Feilen dieser Gruppe zeigen mit 52,97% den größten Anteil an sauberen Oberflächen. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus besitzen die FKG-Feilen mit 15,00% den geringsten und wiederum die Maillefer-Feilen mit 54,73% den größten Anteil an sauberen Oberflächen. Nach fünf Belastungszyklen zeigen nun die Maillefer-Feilen mit 40,79% den kleinsten und die Kerr-Feilen mit 51,23% den größten Anteil an sauberen Oberflächen.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	0,00% (0/202)	0,00% (0/200)	0,00% (0/207)	0,00% (0/204)
ein Zyklus	0,00% (0/201)	16,00% (32/200)	0,00% (0/207)	9,85% (20/203)
fünf Zyklen	5,47% (11/201)	20,00% (40/200)	0,00% (0/203)	1,52% (3/198)

Abb. 76: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-2-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

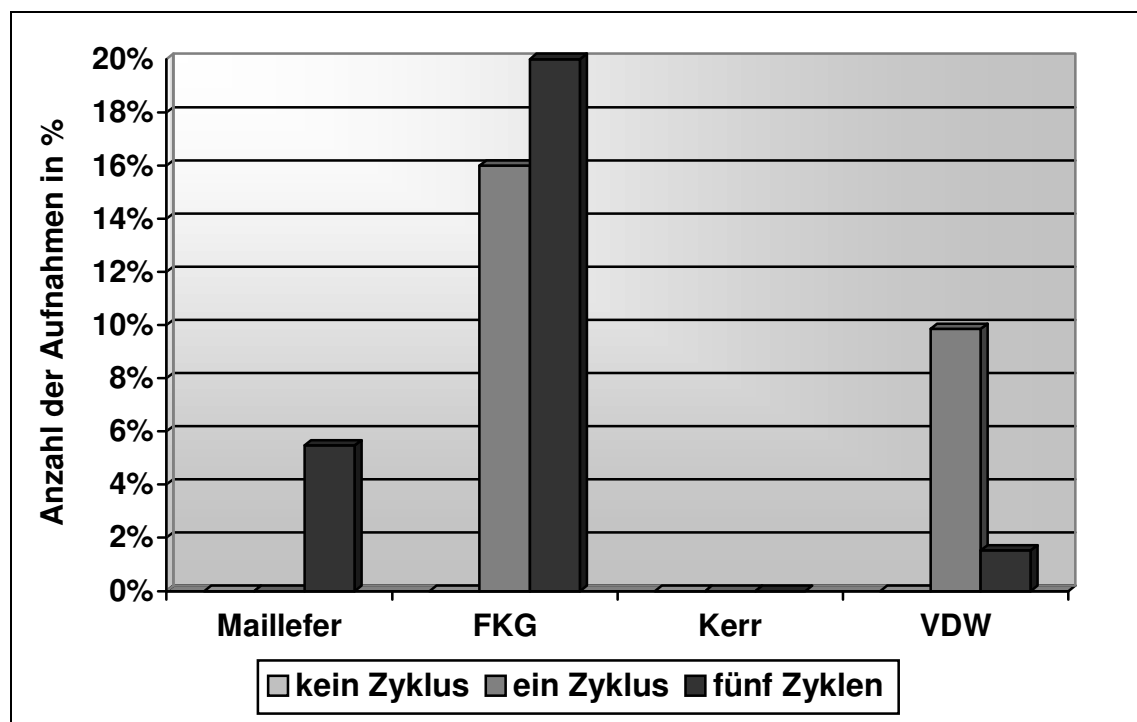


Abb. 77: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-2-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen aller vier Marken, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, zeigen keine Typ-2-Verschmutzung. Außerdem konnte bei den Maillefer-Feilen nach einem Zyklus keine Typ-2-Verschmutzung festgestellt werden und in der Gruppe der Kerr-Feilen zeigt sich keine Aufnahme mit Typ-2-Verschmutzung. Die FKG-Feilen weisen mit einem Anteil von 16,00% nach einem und 20,00% nach fünf Zyklen den höchsten Anteil an Typ-2-Verschmutzung auf.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	0,00% (0/202)	0,00% (0/200)	9,66% (20/207)	0,00% (0/204)
ein Zyklus	1,99% (4/201)	36,00% (72/200)	24,15% (50/207)	5,91% (12/207)
fünf Zyklen	0,00% (0/201)	0,00% (0/200)	0,49% (1/203)	0,00% (0/198)

Abb. 78: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-3-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

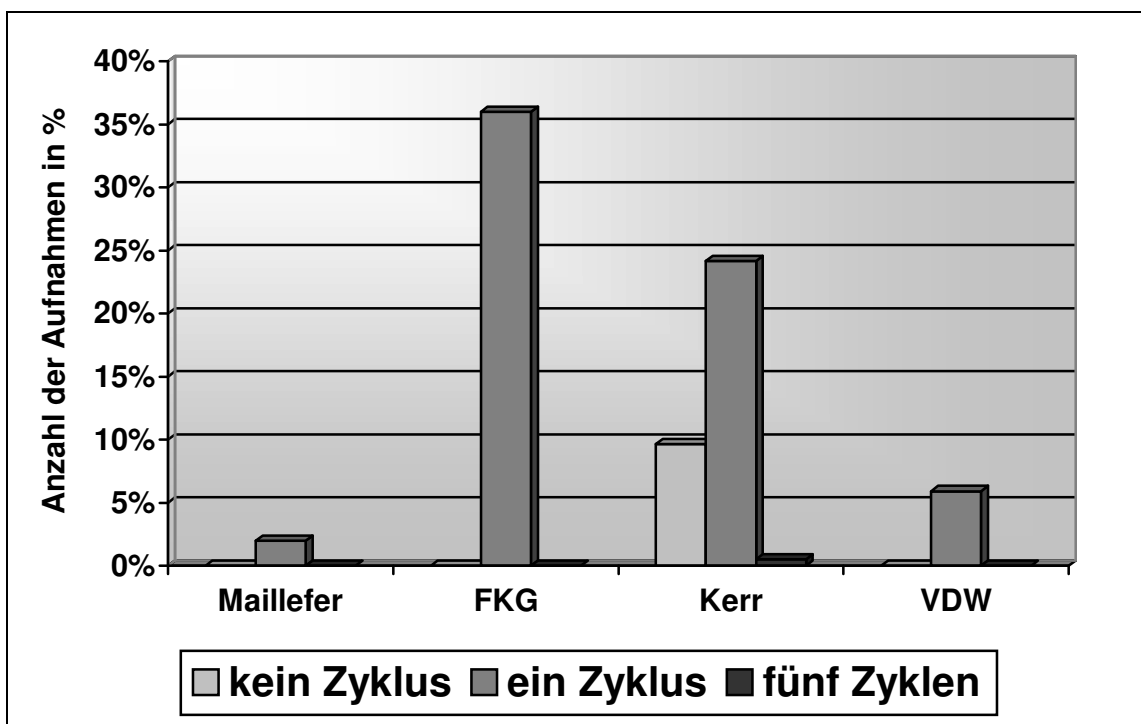


Abb. 79: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-3-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Kerr-Feilen sind die einzigen, welche ohne Behandlungszyklus bereits einen Anteil von 9,66% an Typ-3-Verschmutzung aufweisen. Nach einem Zyklus zeigen die Maillefer-Feilen mit 1,99% den kleinsten und die FKG-Feilen mit 36,00% mit Abstand den größten Anteil an Typ-3-Verschmutzung. Nach fünf Zyklen ist ausschließlich bei den Kerr-Feilen ein Anteil von 0,49% an Typ-3-Verschmutzung zu finden.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	4,46% (9/202)	9,00% (18/200)	0,48% (1/207)	0,00% (0/204)
ein Zyklus	2,99% (6/201)	0,00% (0/200)	5,31% (11/207)	17,24% (35/203)
fünf Zyklen	1,00% (2/201)	13,50% (27/200)	7,88% (16/203)	3,03% (6/198)

Abb. 80: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-4-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

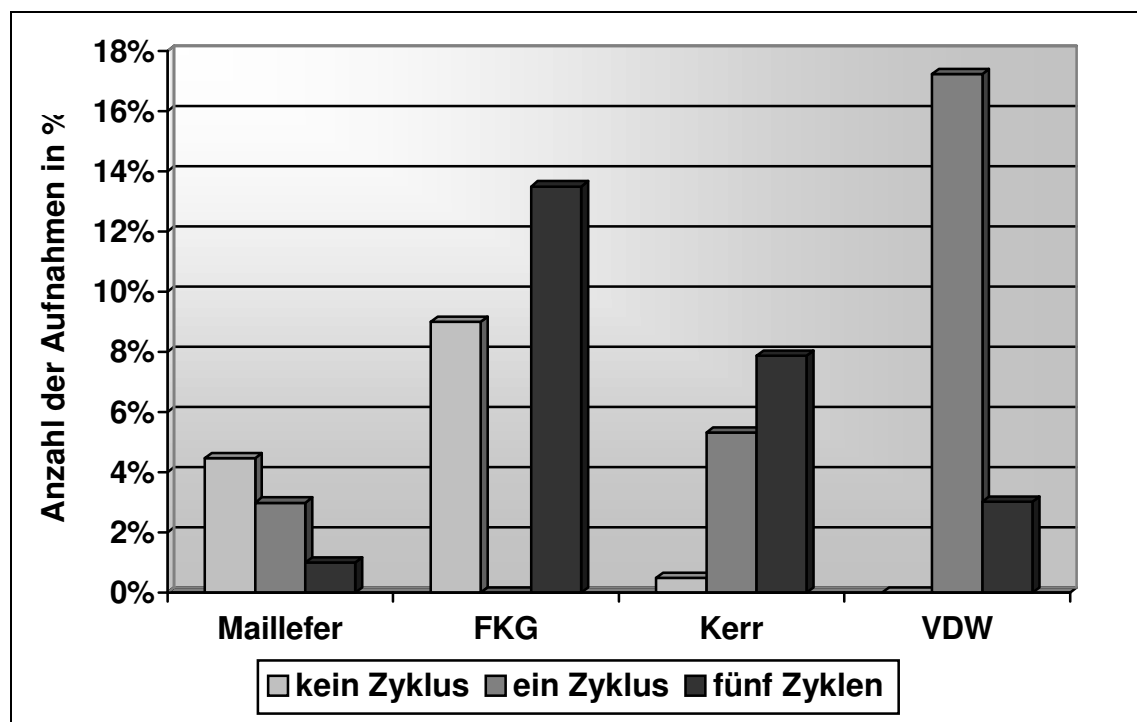


Abb. 81: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-4-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen der Firma Kerr, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen keine Aufnahmen mit Typ-4-Verschmutzung auf. Die FKG-Feilen dieser Gruppe zeigen mit 9,00% den größten Anteil an Typ-4-Verschmutzung. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus besitzen die FKG-Feilen 0,00% und die VDW-Feilen mit 17,24% den größten Anteil an Typ-4-Verschmutzung. Nach fünf Belastungszyklen zeigen die Maillefer-Feilen mit 1,00% den kleinsten und die FKG-Feilen mit 13,50% den größten Anteil an Typ-4-Verschmutzung.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	0,00% (0/202)	0,50% (1/200)	1,45% (3/207)	0,00% (0/204)
ein Zyklus	10,95% (22/201)	10,00% (20/200)	53,62% (111/207)	24,14% (49/203)
fünf Zyklen	1,99% (4/201)	4,00% (8/200)	0,00% (0/203)	21,71% (43/198)

Abb. 82: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-5-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

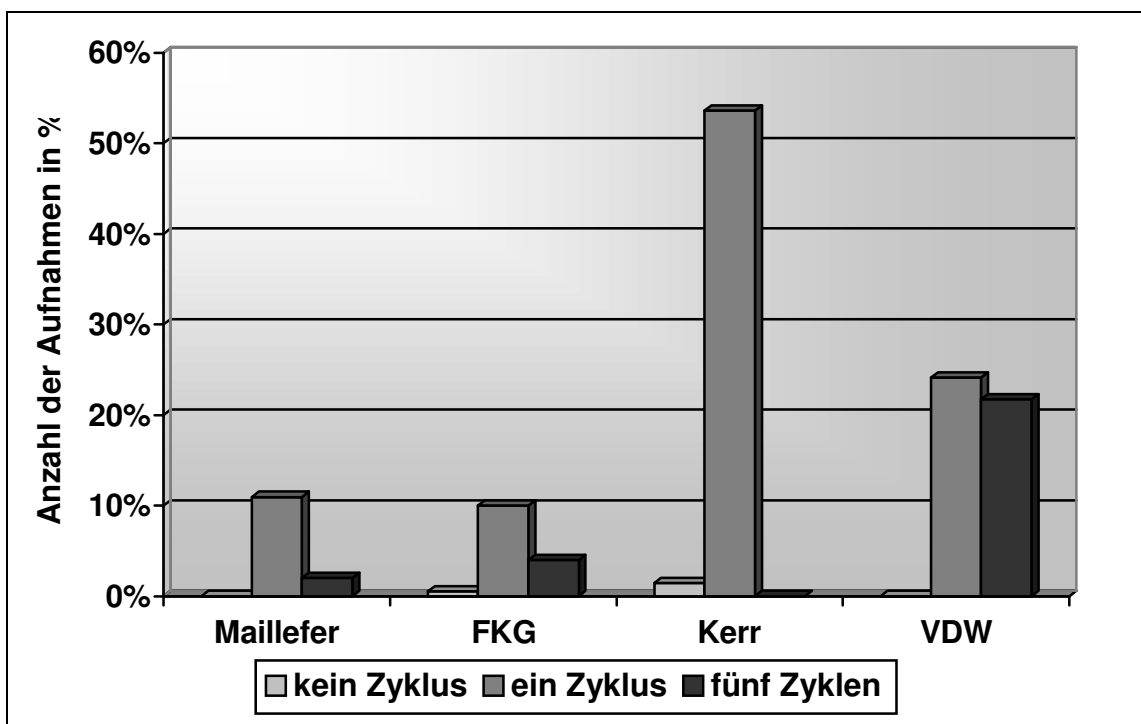


Abb. 83: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-5-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen der Firma Maillefer und VDW, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen keine Aufnahmen mit Typ-5-Verschmutzung auf. Die Kerr-Feilen dieser Gruppe zeigen mit 1,45% den größten Anteil an Typ-5-Verschmutzung. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus besitzen die FKG-Feilen mit 10,00% den kleinsten und die Kerr-Feilen mit 53,62% den größten Anteil an Typ-5-Verschmutzung. Nach fünf Belastungszyklen zeigen die Kerr-Feilen 0,00% und die FKG-Feilen mit 21,71% den größten Anteil an Typ-5-Verschmutzung.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	7,43% (15/202)	32,00% (64/200)	20,30% (42/207)	4,41% (9/204)
ein Zyklus	11,94% (24/201)	24,00% (48/200)	0,00% (0/207)	0,00% (0/203)
fünf Zyklen	3,98% (8/201)	17,50% (35/200)	0,98% (2/203)	0,00% (0/198)

Abb. 84: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-6-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

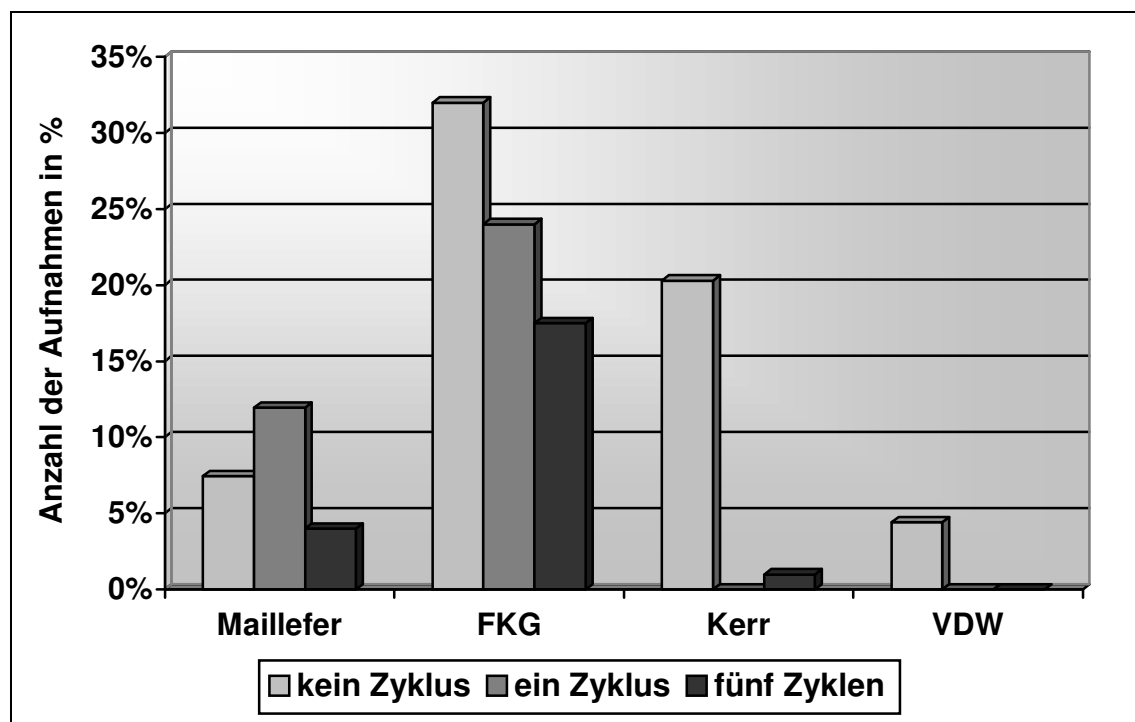


Abb. 85: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-6-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen der Firma VDW, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen mit 4,41% den geringsten Anteil an Aufnahmen mit Typ-6-Verschmutzung auf. Die FKG-Feilen dieser Gruppe zeigen mit 32,00% den größten Anteil an Typ-6-Verschmutzung. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus besitzen die Kerr-Feilen und die VDW-Feilen 0,00% und wiederum die FKG-Feilen mit 24,00% den größten Anteil an Typ-6-Verschmutzung. Nach fünf Belastungszyklen zeigen die VDW-Feilen 0,00% und nochmals die FKG-Feilen mit 17,50% den größten Anteil an Typ-6-Verschmutzung.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	4,46% (9/202)	27,00% (54/200)	17,39% (36/207)	4,90% (10/204)
ein Zyklus	9,95% (20/201)	28,50% (57/200)	10,63% (22/207)	16,75% (34/203)
fünf Zyklen	47,26% (95/201)	15,50% (31/200)	33,0% (67/203)	48,99% (97/198)

Abb. 86: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-7-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

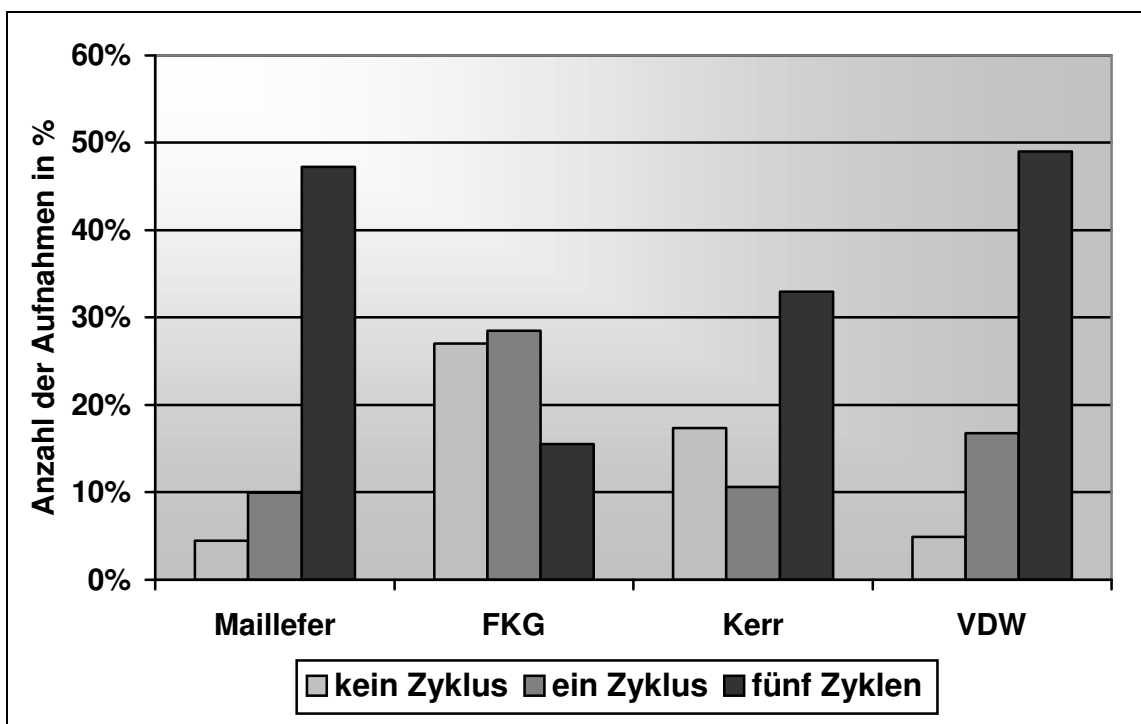


Abb. 87: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-7-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen der Firma Maillefer, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen mit 4,46% den geringsten Anteil an Aufnahmen mit Typ-7-Verschmutzung auf. Die FKG-Feilen dieser Gruppe zeigen mit 27,00% den größten Anteil an Typ-7-Verschmutzung. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus besitzen die Maillefer-Feilen mit 9,95% den kleinsten und die FKG-Feilen mit 28,50% den größten Anteil an Typ-7-Verschmutzung. Nach fünf Belastungszyklen zeigen die FKG-Feilen mit 15,50% den geringsten und die VDW-Feilen mit 48,99% den größten Anteil an Typ-7-Verschmutzung.

	Maillefer	FKG	Kerr	VDW
kein Zyklus	31,68% (64/202)	12,00% (24/200)	57,49% (119/207)	41,67% (85/204)
ein Zyklus	15,42% (31/201)	12,50% (25/200)	12,56% (26/207)	8,37% (17/203)
fünf Zyklen	11,94% (24/201)	20,50% (41/200)	16,26% (33/203)	0,00% (0/198)

Abb. 88: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-8-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

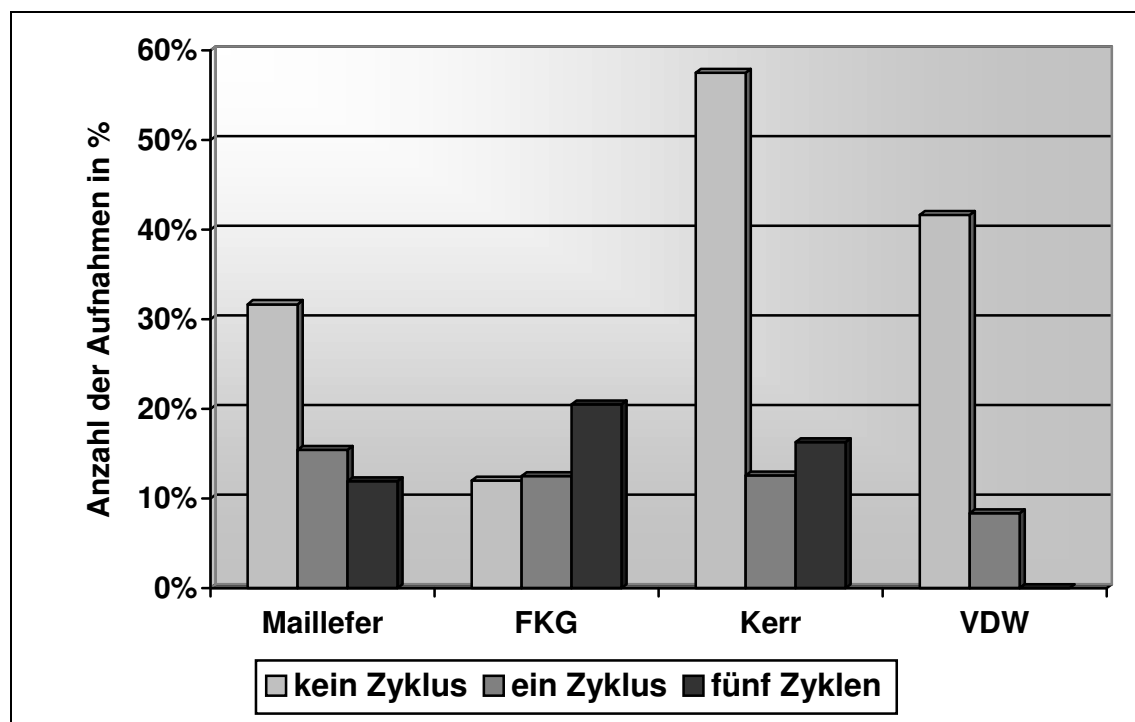


Abb. 89: prozentuale Angabe der Aufnahmen mit Typ-8-Verschmutzung aller vier Marken im Vergleich

Die Feilen der Firma FKG, welche keinem Belastungszyklus ausgesetzt waren, weisen mit 12,00% den kleinsten Anteil an Aufnahmen mit Typ-8-Verschmutzung auf. Die Kerr-Feilen dieser Gruppe zeigen mit 57,49% den größten Anteil an Typ-8-Verschmutzung. Bei den Feilen mit einem Belastungszyklus besitzen die VDW-Feilen mit 8,37% den geringsten und die Maillefer-Feilen mit 15,42% den größten Anteil an Typ-8-Verschmutzung. Nach fünf Belastungszyklen zeigen die VDW-Feilen 0,00% und die FKG-Feilen mit 20,50% den größten Anteil an Typ-8-Verschmutzung.

Aufgrund der vielen verschiedenen Typen von Oberflächenauflagerungen und dem Ausbleiben von Korrosion ist auf eine weitergehende Statistik verzichtet worden, da diese keine sinnvollen Ergebnisse erbracht hätte.

6. Diskussion

Die bisher durchgeführten Studien an endodontischen Edlestahlinstrumenten lieferten keine einheitlichen Ergebnisse bezüglich der Korrosionsanfälligkeit dieser Instrumente. Meist wurden nur wenige Instrumente auf einige spezielle Parameter untersucht und ausgewertet. Diese Studie beinhaltet eine große Anzahl an Edlestahlinstrumenten, welche einen bzw. fünf umfangreiche Belastungszyklen durchlaufen mussten. Die Instrumente wurden während der Zyklen mechanischen Belastungen ausgesetzt, mit NaOCl-Lösung und menschlichem Zahnmaterial in Berührung gebracht, desinfiziert und sterilisiert. Danach erfolgte die Betrachtung aller Feilen über ihre gesamte Arbeitslänge mit dem Rasterelektronenmikroskop. Zusätzlich wurden zykovoltametrische Messungen, EDX-Analysen und Turnbolls-Blau Tests durchgeführt.

6.1. Material und Methoden

6.1.1. Zykovoltametrische Messungen

Die Zykovoltametrie ist eine weit verbreitete und seit langem etablierte Methode, um die elektrochemischen Eigenschaften von Elektrolyten zu untersuchen. Der Kurvenverlauf eines Zykovoltamogramms wird durch verschiedene Faktoren bestimmt. Hierbei spielen die Kinetik der Elektrodenreaktion und die beteiligten chemischen Reaktionen eine Rolle. Auch die Elektrodenart, das Standardpotential des Analyten, dessen Konzentration und die Potentialanstiegsgeschwindigkeit beeinflussen die Gestalt des Zykovoltamogramms.

Bereits 1982 nutzte Mueller potentiodynamische Messungen, um die Korrosionsstabilität endodontischer Instrumente zu ermitteln. Er konnte mit Hilfe dieser Messungen zeigen, dass Instrumente aus Kohlenstoffstahl weniger korrosionsstabil als Edlestahlinstrumente sind (Mueller, 1982). Potentiodynamische Untersuchungen in jüngerer Zeit brachten unterschiedliche

Ergebnisse. Während sich die Edelstahlfeilen einer Marke in einer Untersuchung als korrosionsstabil erwiesen, zeigten sie in der nächsten Untersuchung Anzeichen von Korrosion. Auch die Versuchsaufbauten unterschieden sich. So wurden z.B. in einigen Untersuchungen zwei und in anderen drei Elektroden verschiedener Materialien verwendet (Barrs et. al., 1998; Stokes et. al., 1999; Öztan et. al., 2002; Darabara et. al., 2004). Diese Untersuchung wählte einen Versuchsaufbau mit drei Elektroden, welcher dem von Mueller ähnelte.

6.1.2. Turnbulls-Blau Test

Der Turnbulls-Blau Test wurde in dieser Untersuchung ausschließlich als Schnelltest angewandt, um bereits vor Beginn des Hauptversuches eine Aussage über die Korrosionsanfälligkeit der zu untersuchenden Feilen tätigen zu können.

6.1.3. REM-Untersuchung

Um die Feilenoberflächen differenzieren zu können, wurde eine vergrößernde Betrachtung unter dem REM nötig. In der Literatur finden sich mehrere Studien, welche sich zur Beurteilung der Korrosion an endodontischen Instrumenten dieser Methode bedienten (Eleazer, 1991; Aten, 1993; Barrs et. al., 1998; Stokes et. al. 1999; Zinelis & Margelos, 2002; Öztan et. al., 2002; Martins et. al., 2002). In diesen Studien ließen sich anhand der REM-Aufnahmen Materialauflagerungen, Korrosionsmulden und -krater, Risse und Kratzer auf den Feilenoberflächen ermitteln. Die Zusammensetzung dieser oberflächenveränderten Feilenbereiche ließ sich allerdings nicht mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie feststellen. Daher bedienten sich einige dieser Studien zusätzlich der EDX-Analyse, um die Oberflächenveränderungen der Feilen genauer auswerten zu können (Eleazer, 1991; Barrs et al., 1998, Martins et. al., 2002). Dieses Verfahren wurde in der Hauptuntersuchung der vorliegenden Studie angewandt.

6.1.4. Energiedispersive Röntgenanalyse

Alle Feilen der Hauptuntersuchung wurden umfangreich rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Um die Oberflächenveränderungen der Feilen genauer auswerten zu können, wurden repräsentative Veränderungen ausgewählt und mit Hilfe der EDX-Analyse qualitativ und quantitativ untersucht.

6.1.5. Hauptversuch

Im Hauptversuch wurden die Feilen einem bzw. mehreren an die Praxis angelehnten Belastungszyklen unterzogen. Dies beinhaltete den Kontakt mit Zahnmaterial und Natriumhypochlorid unter mechanischer Belastung sowie die nachfolgende Desinfektion, Reinigung und Sterilisation. Danach wurden alle Feilen rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

Bereits in den siebziger und achtziger Jahren wurden endodontische Feilen aus Kohlenstoffstahl und Edelstahl in diesem Zusammenhang genauer untersucht. In diesen Versuchen wurden die Feilen sterilisiert, kamen mit NaOCl und Rinderkollagen bzw. Zahnmaterial in Kontakt und wurden mechanisch belastet. Allerdings wurden in keiner der Untersuchungen all diese Faktoren berücksichtigt und die Auswertung erfolgte nicht mit dem Rasterelektronenmikroskop (Eichner et. al., 1976; Younis, 1977; Stenman et. al., 1977; Oliet et. al., 1978; Neal et. al, 1983). Neuere Studien, in denen fabrikneue Feilen praxisnah belastet wurden, bzw. frakturierte Feilen untersucht wurden, führten zu unterschiedlichen Ergebnissen. Während in einigen Untersuchungen keine Korrosion an Edelstahlfeilen festgestellt werden konnte, zeigten andere Studien, dass diese Feilen unter Einfluss von NaOCl, mechanischer Belastung sowie Reinigung und Sterilisation Korrosionszeichen aufweisen können (Eleazer, 1991; Aten, 1993; Haïkel, 1996, Haïkel, 1997; Barrs et. al., 1998; Zinelis & Margelos, 2002). Dieser Versuch lehnt sich an einige der vorhergehenden Studien an. Allerdings wurde versucht, alle Belastungsfaktoren, welche in der Praxis zur Korrosion von Edelstahlfeilen führen könnten, in die Studie einzubeziehen und alle Feilen wurden am Ende des Versuches umfangreich rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

6.2. Ergebnisse

6.2.1. Zykelvoltametrische Messungen

Zur Auswertung der Kurven wurden die Werte der Stromstärke aller Feilen bei einem festgelegten Spannungswert von $U = 0,78 \text{ V}$ des Kurven-Hinweges ermittelt. Dabei ließ die Höhe der Stromstärke Rückschlüsse auf die Korrosionsstabilität der Feile zu. Je höher die Stromstärke an diesem Messpunkt war, d.h. je mehr Strom floss, desto korrosionsanfälliger war die Feile.

In 3%iger NaOCl-Lösung zeigten die Messungen der Maillefer-Feilen die größten Werte. Die Werte der anderen Feilenmarken lagen häufig signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) unter denen der Maillefer-Feilen. Die FKG-Feilen schnitten hier besonders gut ab. Ihre Werte lagen immer sehr signifikant ($p \leq 0,01$) unter denen der Maillefer-Feilen.

In 5%iger NaOCl-Lösung zeigten wiederum die Messungen der Maillefer-Feilen die größten Werte, während die VDW-Feilen die niedrigsten Werte aufwiesen. Ihre Werte lagen immer sehr signifikant ($p \leq 0,01$) unter denen der Maillefer-Feilen. Auch die Kerr-Feilen lagen immer signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) unter den Maillefer-Feilen.

In 7%iger NaOCl-Lösung fanden sich die höchsten Werte entweder bei den Maillefer- oder bei den FKG-Feilen. Wierderum schnitten die VDW-Feilen am besten ab. Ihre Werte befanden sich immer signifikant ($p \leq 0,05$) oder sehr signifikant ($p \leq 0,01$) unter denen der Maillefer- bzw. FKG-Feilen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich bei den drei untersuchten Konzentrationen ein weitgehend einheitliches Verhalten der untersuchten Instrumente in Bezug auf den Hersteller feststellen ließ. Die Feilen der Firma Maillefer schnitten in dieser Untersuchung meist signifikant schlechter ab als ihre Vergleichsinstrumente.

Die besten Resultate zeigten die Instrumente der Firma VDW. Hier wurden häufig signifikant geringere Ströme als für die Vergleichsinstrumente gemessen. Auch die Kerr-Feilen schnitten im Vergleich gut ab. Ein signifikanter Unterschied zwischen VDW- und Kerr-Feilen konnte nur ein einziges Mal festgestellt werden.

Die Auswertung der zykelvoltametrischen Messungen bereitete allerdings einige Probleme:

Der gesamte Versuchsaufbau war sehr komplex, was die Auswertung des Experiments behinderte. So bestanden z.B. die untersuchten Feilen aus Legierungen unbekannter Zusammensetzung, welche das Experiment beeinflussten. Außerdem bildet das Lösungsmittel NaOCl bei seiner Oxidation eine Kette an Oxidationsstufen, die eventuell alle im Experiment eine Rolle spielten. Erschwerend kam hinzu, dass der Versuch lösungsmittelbedingt bei einem basischen pH-Wert von circa 10 stattfand, sodass die Redoxpotentiale der Standardredoxreihe (z.B. Eisenredoxpotential) nicht zutrafen.

All diese Umstände erschwerten die Beurteilung des Versuches erheblich. Eine umfangreiche Auswertung ist bei dieser Art von Versuchsaufbau dem Elektrochemiker vorbehalten. Eine Erweiterung des Versuches ließe jedoch eventuell seine Auswertbarkeit verbessern. Feldmann ermittelte in seiner Dissertation im Fachbereich Chemie den von Korrosion verursachten Massenabtrag an speziellen Probekörpern (Feldmann, 2003). Durch präzises Wiegen der endodontischen Feilen vor und nach dem Versuch wäre eventuell ein Massenabtrag feststellbar, welcher einen weiteren Beweis für die unterschiedliche Korrosionsanfälligkeit der Feilen liefern könnte.

6.2.2. Turnbulls-Blau Test

In diesem Schnelltest zeigten die untersuchten VDW-Feilen mit Abstand die meisten blauen Auflagerungen. Daraus könnte geschlossen werden, dass die VDW-Feilen auch in den anderen Versuchen die größte Korrosionsanfälligkeit aufweisen würden. Bei den zykelvoltametrischen Messungen schnitten die VDW-Feilen jedoch am besten ab. Der Turnbulls-Blau Test kann deshalb nicht als zuverlässiger Schnelltest für die Untersuchung endodontischer Feilen empfohlen werden.

6.2.3. REM-Untersuchung

In diesem Versuch wurde erwartet, dass die Oberflächen der fabrikneuen Feilen nur wenige Oberflächenverschmutzungen und keine Korrosion zeigen würden, was sich mit dem Durchlaufen der Belastungszyklen ändern würde.

Alle untersuchten Feilen wiesen jedoch bereits vor dem Durchlaufen der Belastungszyklen einen großen Anteil an verschmutzten Oberflächen auf. In der Untersuchungsgruppe III sank der Anteil der verschmutzten Oberflächen nach den Belastungszyklen im Vergleich zu den vorherigen Bildern sogar von 72,84% auf 68,42% ab. Diese Feilen wurden also im Laufe des Versuches „sauberer“.

Dieses Phänomen konnte bereits in anderen Studien beobachtet werden. Dort wurde festgestellt, dass fabrikneue Feilen keine makellosen Oberflächen aufweisen. Während der Feilenherstellung heften sich verschiedene Materialien an die Feilenoberflächen, welche anschließend unter dem Rasterelektronenmikroskop betrachtet werden können (Marsicovetere et. al., 1996; Eggert et. al. 1999; Thompson, 2000; Martins et. al., 2002).

Korrosion konnte in keiner der Aufnahmen dieses Versuches festgestellt werden.

6.2.4. Energiedispersive Röntgenanalyse

Mit Hilfe der in der EDX-Analyse gewonnenen Spektren konnte die genaue Zusammensetzung der Oberflächenveränderungen ermittelt und interpretiert werden.

Die untersuchten Spektren mit den Oberflächenveränderungen vom Typ 2 und 4 zeigten einen auffällig hohen Anteil an Kohlenstoff und Sauerstoff. Summiert lagen die Anteile an Kohlenstoff und Sauerstoff bei diesen Spektren bei 89,56 bzw. 99,26 Massenprozent. Wahrscheinlich setzten sich diese Oberflächenveränderungen hauptsächlich aus Rückständen des Desinfektionsmittels Gigasept® AF zusammen. Diese Desinfektionslösung besteht größtenteils aus organischen Verbindungen (Didecyldimethylammoniumchlorid, Phenoxypropanol, Aminoalkylglycine, nichtionische Tenside, Lösungsvermittler), welche

in hohem Maße Kohlenstoff und Sauerstoff enthalten.

Die untersuchten Spektren mit den Oberflächenveränderungen vom Typ 3 und 5 wiesen einen verhältnismäßig hohen Anteil der Elemente Calcium, Phosphor und Sauerstoff auf. Summiert lagen die Anteile an Calcium, Phosphor und Sauerstoff bei diesen Spektren bei 76,26 bzw. bei 73,95 Massenprozent.

Zahnschmelz und Dentin bestehen größtenteils aus Hydroxylapatit $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, einer mineralischen Substanz, welche sich aus den in diesen Spektren gefundenen Elementen Calcium, Phosphor und Sauerstoff zusammensetzt. Daher bestanden diese Oberflächenveränderungen vermutlich hauptsächlich aus Zahnmaterial. Da jedoch auch ein Anteil von 19,63 bzw. 22,86 Massenprozent an Kohlenstoff in diesen Spektren festgestellt wurde, ist davon auszugehen, dass auch diese Oberflächenveränderungen organische Rückstände der Desinfektionslösung Gigasept® AF enthielten.

Die untersuchten Spektren mit den Oberflächenveränderungen vom Typ 6, 7, und 8 zeigten einen auffällig hohen Anteil an Natrium, Chlor und Sauerstoff. Summiert lagen die Anteile an Natrium, Chlor und Sauerstoff bei diesen Spektren zwischen 37,19 und 48,63 Massenprozent. Da im Rahmen des Versuches das Wurzelkanalspülmittel Natriumhypochlorid (NaOCl) verwendet wurde, welches sich aus den Elementen Natrium, Chlor und Sauerstoff zusammensetzt, bestanden diese Oberflächenveränderungen aus Natriumhypochlorid-Rückständen. Allerdings weisen diese Spektren zusätzlich einen relativ hohen Anteil von Kohlenstoff auf, welcher zwischen 40,98 und 60,64 Massenprozent beträgt. Daher ist davon auszugehen, dass auch diese Oberflächenveränderungen organische Rückstände der Desinfektionslösung Gigasept® AF enthielten.

Zusätzlich konnten in den Oberflächenveränderungen geringe Anteile an Aluminium, Kalium, Silizium, Schwefel und Magnesium festgestellt werden. Diese stammten vermutlich ebenfalls aus der Desinfektionslösung Gigasept® AF.

Anders als in vorhergehenden Studien (Barrs et. al, 1998; Stokes et al. 1999) konnte bei dieser Untersuchung keine Korrosion festgestellt werden.

6.2.5. Hauptversuch

Wie im Vorversuch (6.2.3.) zeigte auch im Hauptversuch die Gruppe , welche keinen Belastungszyklus durchlief und damit aus fabrikneuen Feilen bestand, bereits eine hohe Anzahl an verschmutzten Oberflächen. Dabei wiesen die Maillefer-Feilen und die VDW-Feilen mit 47,035 bzw. 50,98 % den größten Anteil an sauberen Oberflächen auf.

Typ 2-Verschmutzung, welche hauptsächlich durch die Desinfektionslösung Gigasept® AF verursacht wurde, ließ sich bei den Feilen ohne Belastungszyklus nicht feststellen. Mit 16,00 % bzw. 20,00% trat diese Verschmutzungsart besonders häufig bei den FKG-Feilen, welche den Belastungszyklus ein- bzw. fünfmal durchlaufen hatten auf, während sie bei den Kerr-Feilen gar nicht festgestellt werden konnte.

Auch die Typ 4-Verschmutzung beruhte hauptsächlich auf Rückständen der Gigasept® AF-Lösung. Sie ließ sich besonders mit 17,24% bei den VDW-Feilen nach einem Belastungszyklus und mit 13,5% bei den FKG-Feilen nach fünf Belastungszyklen nachweisen.

Die Oberflächenauflagerungen der Typ 3-Verschmutzung beruhten hauptsächlich auf organischem Zahnmaterial und ließen sich mit 36,00% bzw. 24,15 % am häufigsten bei den FKG- und Kerr-Feilen nach einem Belastungszyklus nachweisen.

Die Typ 5-Verschmutzung beruhte ebenfalls größtenteils auf organischem Zahnmaterial. Allerdings ließ sich diese mit 24,14% und 21,71% besonders bei den VDW-Feilen nach einem bzw. fünf Belastungszyklen finden.

Oberflächenveränderungen vom Typ 6, welche sich hauptsächlich auf NaOCl-Rückständen zusammensetzten, konnten mit 32,00%, 24,00% und 17,5% am häufigsten bei den FKG-Feilen festgestellt werden.

Auch die Typ 7-Verschmutzung beruhte größtenteils auf NaOCl-Rückständen. Sie fand sich mit 47,26% und 48,99% besonders bei den Maillefer- und VDW-Feilen nach fünf Belastungszyklen.

Die Verschmutzung vom Typ 8 wies ebenfalls Rückstände auf, welche auf NaOCl und Desinfektionslösungen hinwiesen. Allerdings wurde diese Veränderung besonders bei den fabrikneuen Feilen ohne Belastungszyklus festgestellt und muss deshalb während der Produktion entstanden sein.

Korrosion (Typ 9) konnte bei keiner einzigen Feile festgestellt werden. Entgegen früherer Studien (Aten, 1993; Barrs et. al., 1998) konnte in dieser Untersuchung an keiner der Feilen, welche mechanischer Belastung, NaOCl-Lösung und der Sterilisation ausgesetzt waren, Korrosion festgestellt werden. Die Feststellung von Martins et. al., dass fabrikneue ProFile Instrumente produktionsbedingte Materialauflagerungen aufweisen, kann in dieser Studie ebenso auf die Edelstahlfeilen der Firmen Maillefer, FKG, Kerr und VDW übertragen werden (Martins et. al., 2002).

6.3. Schlussfolgerung

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie lassen für die untersuchten Wurzelkanalinstrumente aus Edelstahl folgende Schlüsse zu:

- Die zykovoltametrischen Messungen zeigten, dass die Feilen der Firma VDW am wenigsten korrosionsanfällig sind, während die Maillefer-Feilen die größte Korrosionsanfälligkeit aufweisen. Allerdings erwies sich die Auswertung der zykovoltametrischen Kurven als schwierig. Sie sollte in kommenden Untersuchungen in enger Zusammenarbeit mit einem Elektrochemiker erfolgen.
- Der Turnbolls-Blau Test erwies sich als unkomplizierter Schnelltest. Inwieweit seine Ergebnisse tatsächliche Hinweise auf die Korrosionsanfälligkeit der Feilen liefern, ist allerdings fraglich.
- Bereits die fabrikneuen Feilen aller vier Hersteller zeigten Oberflächenverschmutzungen, welche im Laufe der Produktion entstanden sein müssen.

- In der Hauptuntersuchung, welche die Belastungen, denen die Feilen in der Praxis ausgesetzt sind, simulierte, ließen sich bei keiner der Feilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW Korrosionszeichen nachweisen. Die Korrosionsanfälligkeit der Edelstahlfeilen aller vier Marken lässt sich daher als niedrig einstufen. Sie scheint in der Praxis keine Rolle zu spielen.
- Nach der Desinfektion, Ultraschallreinigung und Sterilisation ließen sich zahlreiche Oberflächenveränderungen auf den Feilen feststellen, welche unter anderem auf Rückstände von Zahnhartsubstanz, NaOCl und Desinfektionsmitteln zurückzuführen sind. Trotz dieser umfangreichen Reinigungsmaßnahmen, welche dem Vorgehen in der Praxis nachempfunden wurden, konnten diese Oberflächenauflagerungen nicht verhindert werden. Daher sollte der gründlichen und umfassenden Reinigung der Instrumente nach ihrem Gebrauch eine noch größere Bedeutung beigemessen werden.

7. Zusammenfassung

Ladetzki, Kristin

Abstract

Problem: Hedströmfeilen aus Edelstahl werden weltweit häufig in Verbindung mit dem Wurzelkanalspülmittel Natriumhypochlorid angewandt. Die hohe elektrochemische Reaktionsbereitschaft von NaOCl-Lösung kann jedoch zu Korrosion von Edelstahlinstrumenten führen.

Ziel: Diese Studie untersucht, ob Edelstahl-Hedströmfeilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW eine gleichwertige Korrosionsstabilität aufweisen.

Material und Methoden: An 72 Feilen wurden zykovoltametrische Messungen vorgenommen und 24 Feilen mit dem Turnbills-Blau Test untersucht. Zusätzlich wurden 12 Feilen einem REM-Vorversuch unterzogen. Im Hauptversuch wurden 40 Feilen keinem, 40 einem und 40 Feilen fünf chemo-mechanischen Belastungszyklen ausgesetzt. Danach wurden alle Feilen im Rasterelektronenmikroskop befundet. Einige repräsentative Befunde wurden zudem mit energiedispersiver Röntgenanalyse zwecks Elementanalyse weitergehend untersucht.

Ergebnisse: In der Auswertung der zykovoltametrischen Messungen schnitten die Feilen des Herstellers Maillefer zumeist signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) schlechter ab als ihre Vergleichsinstrumente. Die besten Resultate zeigten die Hedströmfeilen des Herstellers VDW. Im Hauptversuch ließen sich bei keiner der Feilen Korrosionszeichen nachweisen. Trotz der umfangreichen Reinigungsmaßnahmen während des Versuches (Desinfektion, Ultraschallreinigung, Sterilisation) konnten nach dem Versuch zahlreiche Oberflächenauflagerungen auf den Feilen festgestellt werden.

Schlussfolgerung: Die Korrosionsanfälligkeit der Edelstahlfeilen aller vier Hersteller, lässt sich als niedrig einstufen. In der Zukunft sollte der gründlichen Reinigung der Instrumente nach ihrem Gebrauch jedoch eine noch größere Bedeutung beigemessen werden.

Problemstellung

In der Endodontie werden zur Aufbereitung von Wurzelkanälen bereits seit Jahrzehnten Instrumente aus Edelstahl verwendet. Neben Reamern und K-Feilen gehört die Hedströmfeile zu den drei Grundtypen konventioneller Wurzelkanalinstrumente. Aufgrund ihres großen Spanraumes und des Schneidekantenwinkels von 60-65° ist mit Hedströmfeilen bei empfohlener feilender Arbeitsweise ein hocheffizientes Arbeiten möglich.

Im Zuge der chemo-mechanischen Wurzelkanalaufbereitung ist es unbedingt erforderlich, mit Hilfe von intermittierenden Spülungen Dentinspäne und Pulpa reste aus dem Wurzelkanal zu entfernen. Die weltweit am häufigsten benutzten Spülmittel sind Natriumhypochlorid-Lösungen. NaOCl besitzt eine stark

antimikrobielle Wirkung und hat die Fähigkeit, nekrotisches Gewebe aufzulösen. Wässrige NaOCl-Lösung weist jedoch eine relativ hohe elektrochemische Reaktionsbereitschaft auf, was bei längerem Kontakt des Edelinstrumentes mit der Lösung zu Korrosion führen kann. In dieser Studie werden Hedströmfeilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW auf ihre Korrosionsanfälligkeit untersucht. **Ziel** der Arbeit ist es zu klären, ob diese Instrumente eine gleichwertige Korrosionsstabilität aufweisen.

Folgende **Arbeitshypothese** soll überprüft werden:

- Die Werkstoffe der untersuchten Hedström-Feilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW unterscheiden sich nicht bezüglich ihrer Korrosionsanfälligkeit.

Hierzu wurden zykelvoltametrische Messungen durchgeführt sowie der Turnbolls-Blau Test im Sinne eines Schnelltestes angewandt. Im Hauptversuch wurden die Feilen einem bzw. fünf chemo-mechanischen Belastungszyklen ausgesetzt und danach umfangreich im Rasterelektronenmikroskop befundet. Einige repräsentative oberflächliche Ablagerungen auf den Feilen wurden zudem mit energiedispersiver Röntgenanalyse weitergehend untersucht.

Material und Methoden

Zunächst wurden an insgesamt 72 Hedströmfeilen zykelvoltametrische Messungen vorgenommen. Dazu wurden sechs Feilen je Hersteller einer 3%igen, 5%igen bzw. 7%igen NaOCl-Lösung ausgesetzt. Durch Anlegen einer Dreiecksspannung nach einer, fünf, zehn, fünfzehn und zwanzig Minuten konnten Strom-Spannungs-Diagramme aufgezeichnet werden, welche in der späteren Auswertung Rückschlüsse auf die Korrosionsanfälligkeit der jeweiligen Feile lieferten.

Im folgenden Turnbolls-Blau-Test wurden sechs Feilen je Hersteller jeweils für 90 Sekunden in eine wässrige Versuchslösung gelegt, in welcher Kaliumhexacyanoferrat II und III sowie NaOCl gelöst waren. An den korrodierenden Stellen der Feile bildeten sich dabei blaue Auflagerungen, deren Anzahl dann unter zweifacher optischer Vergrößerung ausgezählt wurde.

Die REM-Untersuchung umfasste insgesamt 12 VDW-Feilen. Die unbehandelten Feilen wurden Inkrement für Inkrement auf ihrer gesamten Arbeitslänge rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Vier Feilen wurden

unbehandelt belassen. Die restlichen acht Feilen durchliefen einmal bzw. fünfmal einen chemo-mechanischen Belastungszyklus, welcher dem der Hauptuntersuchung entsprach. Nun wurden die Feilen erneut auf die gleiche Weise rasterelektronenmikroskopisch untersucht und anschließend die Befunde ausgewertet.

Im Hauptversuch wurden 120 Feilen untersucht. Dreißig Feilen jedes Herstellers wurden randomisiert und drei Gruppen zugeordnet. Die 40 Feilen der ersten Gruppe durchliefen keinen Belastungszyklus, die 40 Feilen der zweiten Gruppe einen und die 40 der dritten Gruppe fünf Belastungszyklen. Am Anfang des Belastungszyklus stand die fünfminütige chemomechanische Aufbereitung eines extrahierten menschlichen Zahnes mit den Prüffeilen unter intermittierender 3%iger NaOCl-Spülung. Danach wurden die Feilen für 45 Minuten unter Raumbedingungen der Lufttrocknung ausgesetzt. Anschließend wurden die Feilen 30 Minuten in einem Interimsständer für Wurzelkanalinstrumente in 3%iger NaOCl-Lösung gelagert.

Es folgten eine zwanzigminütige Lagerung der Feilen in handelsüblicher Desinfektionslösung sowie eine zehnminütige Reinigung im Ultraschallbad in der gleichen Desinfektionslösung. Dann wurden die Feilen 10 Minuten in einem Dampfsterilisator bei 134°C sterilisiert. Nun erfolgte eine Verblindung aller Feilen und eine anschließende rasterelektronenmikroskopische Befundung des gesamten Arbeitsteiles der Feilen. Anschließend wurden die Feilen entblindet und die Befunde ausgewertet. Nach der rasterelektronenmikroskopischen Auswertung der Feilen des Hauptversuches wurden Feilen mit markanten Veränderungen der Oberfläche ausgewählt und mit energiedispersiver Röntgenstrahlung (EDX) bei 300-1500 facher Vergrößerung untersucht. Anhand dieser Methode konnten die Oberflächenveränderungen elementbezogen qualitativ und quantitativ bewertet werden.

Ergebnisse

Die Auswertung der zykelvoltametrischen Messungen erfolgte indem am festgelegten Spannungswert von $U = 0,78 \text{ V}$ des Hinweges die Höhe der Stromstärke ermittelt wurde. Je höher die Stromstärke ausfiel, d.h. je mehr Strom an diesem Messpunkt floss, desto korrosionsanfälliger war die jeweilige Feile. Bei den drei untersuchten NaOCl-Konzentrationen von 3%, 5% und 7%

ließ sich ein weitgehend einheitliches Verhalten des Werkstoffes der untersuchten Instrumente in Bezug auf den Hersteller feststellen. Die Feilen der Firma Maillefer schnitten in dieser Untersuchung meist signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) schlechter ab als die Instrumente der Mitbewerber. Die besten Resultate zeigten die Instrumente der Firma VDW. Hier wurden signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) geringere Ströme als für die Instrumente der Mitbewerber gemessen. Auch die Feilen der Firma Kerr schnitten im Vergleich gut ab.

Im Turnbolls-Blau Test zeigten die untersuchten VDW-Feilen mit Abstand die meisten blauen Auflagerungen. Daraus könnte geschlussfolgert werden, dass die VDW-Feilen eine größere Korrosionsanfälligkeit aufweisen, was sich in den anderen Versuchen jedoch nicht bestätigte.

In der REM-Untersuchung wiesen die Feilen bereits vor dem Durchlaufen der Belastungszyklen lokalisiert Verschmutzungen der Oberfläche auf. In allen Gruppen veränderte sich der Anteil der verschmutzten Feilenoberflächen vor und nach dem Durchlaufen der Belastungszyklen nicht wesentlich. Korrosion konnte in keiner der Aufnahmen dieses Versuches festgestellt werden.

Auch die fabrikneuen Feilen des Hauptversuches zeigten unter dem Rasterelektronenmikroskop bereits Oberflächenverschmutzungen, die im Laufe der Produktion entstanden sein müssen. Nach der Hauptuntersuchung ließen sich bei keiner der Feilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW Korrosionszeichen nachweisen. Trotz der umfangreichen Reinigungsmaßnahmen während des Versuches (Desinfektion, Ultraschallreinigung, Sterilisation) konnten jedoch nach dem Versuch zahlreiche Oberflächenauflagerungen auf den Feilen festgestellt werden. Mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenanalyse ließen sich die Oberflächenveränderungen auf den Feilen genauer bestimmen. Sie bestanden unter anderem aus Rückständen von Zahnhartsubstanz, NaOCl-Lösung und Desinfektionsmitteln.

Schlussfolgerung

Die Korrosionsanfälligkeit der Edelstahlfeilen aller vier Marken lässt sich als niedrig einstufen. Sie scheint in der Praxis keine Rolle zu spielen. Der gründlichen Reinigung endodontischer Instrumente nach ihrem Gebrauch sollte jedoch eine noch größere Bedeutung beigemessen werden.

Oberflächenuntersuchung von Edelstahlfeilen nach chemisch-physikalischer Belastung

Ladetzki, K.

Problem: Hedströmfeilen aus Edelstahl haben sich bereits seit langer Zeit zur Aufbereitung von Wurzelkanälen bewährt. Weltweit werden sie am häufigsten in Verbindung mit dem Wurzelkanalspülmittel Natriumhypochlorid angewandt. Die hohe elektrochemische Reaktionsbereitschaft von NaOCl-Lösung kann bei längerem Kontakt des Edelstahlinstrumentes zur Lösung jedoch möglicherweise zu dessen Korrosion führen.

Ziel: Diese Studie untersucht, ob Edelstahl-Hedströmfeilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW eine gleichwertige Korrosionsstabilität aufweisen.

Material und Methoden: Hierzu wurden an 72 Feilen zykovoltametrische Messungen vorgenommen und 24 Feilen mit dem Turnbills-Blau Test untersucht. Zusätzlich wurden 12 Feilen einem an die Hauptuntersuchung angelehnten REM-Vorversuch unterzogen. Im Hauptversuch wurden 40 Feilen keinem, 40 Feilen einem und 40 Feilen fünf chemo-mechanischen Belastungszyklen ausgesetzt. Ein Belastungszyklus beinhaltete den Kontakt mit Zahnmaterial und NaOCl unter mechanischer Belastung sowie die nachfolgende Desinfektion, Reinigung und Sterilisation. Nach dem Durchlaufen der Belastungszyklen wurden alle Feilen umfangreich im Rasterelektronenmikroskop befundet. Einige repräsentative Feilen wurden zudem mit energiedispersiver Röntgenanalyse zwecks Elementaranalyse weitergehend untersucht.

Ergebnisse: In der Auswertung der zykovoltametrischen Messungen schnitten die Feilen des Herstellers Maillefer zumeist signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) schlechter ab als ihre Vergleichsinstrumente. Die besten Resultate zeigten die Instrumente der Firma VDW. Im Turnbills-Blau Test zeigten die untersuchten VDW-Feilen die größte Korrosionsanfälligkeit, was sich in den anderen Versuchen jedoch nicht bestätigte. Die fabrikneuen Feilen des Hauptversuches und des REM-Vorversuches zeigten unter dem Rasterelektronenmikroskop bereits Oberflächenverschmutzungen, welche im Laufe der Produktion entstanden sein müssen. Es ließen sich bei keiner der Feilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW Korrosionszeichen nachweisen. Trotz der umfangreichen Reinigungsmaßnahmen während des Versuches (Desinfektion, Ultraschallreinigung, Sterilisation) konnten nach dem Versuch zahlreiche Oberflächenauflagerungen auf den Feilen festgestellt werden. Mit der energiedispersiven Röntgenanalyse ließen sich die Oberflächenveränderungen auf den Feilen genauer bestimmen. Sie bestanden unter anderem aus Rückständen von Zahnhartsubstanz, NaOCl-Lösung und Desinfektionsmitteln.

Schlussfolgerung: Die Korrosionsanfälligkeit der Edelstahlfeilen aller vier Marken lässt sich als niedrig einstufen und scheint in der Praxis keine Rolle zu spielen. In der Zukunft sollte der gründlichen Reinigung der Instrumente nach ihrem Gebrauch jedoch eine noch größere Bedeutung beigemessen werden.

Oberflächenuntersuchung von Edelstahlfeilen nach chemisch-physikalischer Belastung

Zusammenfassung

Ladetzki, K.

Problem: Hedströmfeilen aus Edelstahl werden weltweit häufig in Verbindung mit dem Wurzelkanalspülmittel Natriumhypochlorid angewandt. Die hohe elektrochemische Reaktionsbereitschaft von NaOCl-Lösung kann jedoch zu Korrosion von Edelstahlinstrumenten führen.

Ziel: Diese Studie untersucht, ob Edelstahl-Hedströmfeilen der Hersteller Maillefer, FKG, Kerr und VDW eine gleichwertige Korrosionsstabilität aufweisen.

Material und Methoden: An 72 Feilen wurden zykovoltametrische Messungen vorgenommen und 24 Feilen mit dem Turnbills-Blau Test untersucht. Zusätzlich wurden 12 Feilen einem REM-Vorversuch unterzogen. Im Hauptversuch wurden 40 Feilen keinem, 40 einem und 40 Feilen fünf chemo-mechanischen Belastungszyklen ausgesetzt. Danach wurden alle Feilen im Rasterelektronenmikroskop befundet. Einige repräsentative Befunde wurden zudem mit energiedispersiver Röntgenanalyse zwecks Elementanalyse weitergehend untersucht.

Ergebnisse: In der Auswertung der zykovoltametrischen Messungen schnitten die Feilen des Herstellers Maillefer zumeist signifikant ($p \leq 0,05$) bzw. sehr signifikant ($p \leq 0,01$) schlechter ab als ihre Vergleichsinstrumente. Die besten Resultate zeigten die Hedströmfeilen des Herstellers VDW. Im Hauptversuch ließen sich bei keiner der Feilen Korrosionszeichen nachweisen. Trotz der umfangreichen Reinigungsmaßnahmen während des Versuches (Desinfektion, Ultraschallreinigung, Sterilisation) konnten nach dem Versuch zahlreiche Oberflächenauflagerungen auf den Feilen festgestellt werden.

Schlussfolgerung: Die Korrosionsanfälligkeit der Edelstahlfeilen aller vier Hersteller, lässt sich als niedrig einstufen. In der Zukunft sollte der gründlichen Reinigung der Instrumente nach ihrem Gebrauch jedoch eine noch größere Bedeutung beigemessen werden.

Surface study of stainless-steel files after chemo-mechanical treatment procedures

Abstract

Ladetzki, K.

Problem: *Stainless steel hedstromfiles have been used in endodontics for decades as reliable instruments for cleaning and shaping the root canal. Worldwide they are mostly used in combination with Sodiumhypochloride irrigant solution, but the relatively high electrochemical aggressiveness of this solution could cause corrosion on stainless steel files.*

Aim: *The purpose of this study was to examine if stainless steel hedströmfiles from the companies Maillefer, FKG, Kerr and VDW all show the same corrosion stability.*

Methodology: *Cyclic voltammetry has been done on 72 files and 24 files have been surveyed by the Turnbolls-Blue test. In addition 12 files were pretested in a SEM experiment. In the main study 40 files went through one, 40 files through five and 40 files through no chemo-mechanical treatment cycles. Within one treatment cycle the file was mechanically stressed while being in contact with human tooth material and NaOCl solution. Then the file was disinfected, ultrasonically cleaned and sterilized. Afterwards all files were examined under the scanning electron microscope (SEM). Some representative files were additionally surveyed by energy dispersive spectrometry (EDS).*

Results: *The cyclic voltammetry showed significantly ($p \leq 0,05$) or even very significantly ($p \leq 0,01$) worse results for the Maillefer files in comparison to the other files. Best results in this experiment were measured for the VDW files. In contrast to the cyclic voltammetry the Turnbolls blue test showed the VDW files to be the least corrosion resistant. None of the files in the main study showed corrosion signs.*

Conclusions: *The corrosion susceptibility of stainless steel files seems to be very low under practical conditions.*

8. Literaturverzeichnis

Aasim, S.A., Mellor, A.C., Qualtrough, A.J.E.

The effect of presoaking and time in the ultrasonic cleaner on the cleanliness of sterilized endodontic files.

J Endod 39, 143-149 (2006)

ADA

Infection control recommendations for the dental office and the dental laboratory. ADA Council on Scientific Affairs and ADA Council on Dental Practice.

J Am Dent Assoc 127, 672-680 (1996)

Al Omari, M.A.O., Dummer, P.M.H., Newcombe, A.

Comparison of six files to compare simulated root canals - Part I.

Int Endod J 25, 57-66 (1992)

Anthony, L.P., Grossmann, L.I.

A brief history of root canal therapy in the United States.

J Am Dent Assoc 32, 43-50 (1945)

Aten, J.C.

The simulation of clinical corrosion of endodontic files.

Master of Science Thesis, Evanston, IL: Northwestern University, USA (1993)

Aten, J.C., Ostek, E.M., Heuer, M.A., Lautenschläger, E.P.

The simulation of clinical corrosion of endodontic files.

Northwest Dent 5, 3-4 (1994)

Bahcall, J.K., Barrs, J.T.

Understanding and evaluating the endodontic file.

Gen Dent 48, 690-692 (2000)

Barrs, J.T., Miller, D.A., Howard, J.R., Gilbert, J.L., Lautenschläger, E.P.

The evaluation of corrosion in stainless steel endodontic files.

Northwest Dent 7, 27-31 (1998)

Barthel, H., Dietrich, V., Henning, D., Kleinpeter, E., Ludwig, E., Uhlemann, E.

Chemie. Allgemeine Chemie, Organische Chemie.

Volk und Wissen Verlag Berlin (1995)

Baumann, M., Beer, R.

Endodontologie – Farbatlanten der Zahnmedizin. Bd. 7; 4. Auflage

Hrsg.: Rateitschak, K.H., Wolf, H.F.

Thieme Verlag Stuttgart - New York (1997)

Beneke, H.

Lexikon der Korrosion und des Korrosionsschutzes. 2. Auflage

Vulkan Verlag Essen (2000)

Bramipour, D., Svec, T.A., White, K.W. Powers, J.M.

Wear resistance of cryogenically treated stainless steel files.

J Endod 27, 212-213 (2001)

Bühl, A., Zöfel, P.

SPSS 11. Einführung in die moderne Datenanalyse unter Windows.

Addison Wesley Verlag München (2002)

Byström, A., Happonen, R.P., Sjögren, U., Sundqvist, G.

Healing of periapical lesions of pulpless teeth after endodontic treatment with controlled asepsis.

Endod Dent Traumatol 3, 58-60 (1987)

Cafruny, W.A., Brunick, A., Nelson, D.M., Nelson, R.F.

Effectiveness of ultrasonic cleaning of dental instruments.

Am J Dent 8, 152-156 (1995)

Calhoun, G., Montgomery, S.

The effects of four instrumentation techniques on root canal shape.

J Endod 14, 27-277 (1988)

Cimis, G.M., Boyer, T.J., Pellen, J.B.

Effect of three file types on the apical preparation of moderately curved canals.

J Endod 14, 441-444 (1988)

Cruse, W.P., Bellizzi, R.

A historic review of endodontics 1989 – 1963, Part II.

J Endod 6, 532-535 (1980)

Curson, I.

History and endodontics.

Dent Prac 15, 435-439 (1965)

Darabara, M., Bourithis, L., Zinelis, S., Papadimitriou, G.D.

Susceptibility to localized corrosion of stainless steel and NiTi endodontic instruments in irrigating solutions.

Int Endod J 37, 705-710 (2004)

Denton, G.B., Zachariou, C.

The history of vitalism in pulp treatment.

Dental Cosmos 73, 267-273 (1931)

Deutsches Institut für Normung

DIN 13 967 Teil 3.

Beuth Verlag Berlin (1985)

DGZMK

Wissenschaftliche Stellungnahme der DGZMK zum Thema „Die
Würzelkanalspülung“

DGZMK, www.dgzmk.de, (02/2004)

DGZMK

Wissenschaftliche Stellungnahme der DGZMK zum Thema „ Die Bestimmung der endodontischen Arbeitslänge“.

DGZMK, www.dgzmk.de, (03/2004)

Eggert, C., Peters, O., Barbakow, F.

Wear of nickel-titanium Lightspeed instruments evaluated by scanning electron microscopy.

J. Endod 25, 494-497 (1999)

Eichner, M.A., Schoen, D.M., Goldman, M., Kronman, J.H.

Effect of protein and sodium hypochloride on endodontic instruments.

J Endod 2, 335-338 (1976)

Eleazer, P.D.

Lack of corrosion of stainless steel instruments in vivo by scanning electron microscope and mycrobe analysis.

J Endod 17, 346-349 (1991)

Europäische Gesellschaft für Endodontologie

Qualitätsrichtlinien endodontischer Behandlung.

Endodontie 3, 263-276 (1994)

Feely, L., Mackie, I.C., Macfarlane, T.

An investigation of root-fractured incisor teeth in children.

Dent Traumatol 19, 52-54 (2003)

Feinman, R.A., Goldstein, R.E.

Verschiedene Techniken zum Bleichen von Zähnen.

Quintessenz Verlag Berlin (1988)

Feldmann, G.

Fettsäurekonjugate mit Farbstoffen und Korrosionsinhibitoren.

Chem. Diss, WWU Münster (2003)

Felber, W., Lohmann, D., Müller, I.F., Röbisch, G.

Chemie: Physikalische Chemie und Umwelt.

Volk und Wissen Verlag Berlin (1995)

Filho, T.M., Leonardo, M.R., Bonifacio, K.C., Dametto, F.R., Silva, I.A.B.

The use of ultrasound for cleaning the surface of stainless steel and nickel-titanium endodontic instruments.

Int Endod J 34, 581-585 (2001)

Flegler, S.L., Heckman, J.W.

Elektronenmikroskopie – Grundlagen, Methoden, Anwendungen.

Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg (1995)

Fonds der Chemischen Industrie.

Informationsserie Nr. 08 Korrosion / Korrosionsschutz.

<http://fonds.vci.de> (08/1994)

Göhring, C.

Zur Normierung von Wurzelkanalinstrumenten und Guttaperchastiften sowie experimentelle Untersuchungen zur Aufbereitung und Füllung simulierter gerader Kanäle.

Med Diss, Münster (1996)

Goldstein, J.E., Newbury, D.E., Echlin, P.E., Joy, D.C., Fiori, C., Lifshin, E.

Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. A text for biologists, material scientists and geologists.

Plenum New York (1981)

Guldener, P.H.A., Langeland, K.

Endodontologie. Diagnostik und Therapie. 3. Auflage

Thieme Verlag Stuttgart - New York (1993)

Gurevich, I., Dubin, R. Dunha, B.A:

Dental instrument and device sterilization and disinfection practices.

Journal of hospital infection 32, 295-304 (1996)

Gutierrez, J.H., Gigeux, C., Sanhuenza, I.

Physical and chemical deterioration of endodontic reamers during mechanical preparation.

Oral Surg Oral Med Oral Pathol 28, 394-403 (1969)

Gutmann, V., Hengge, E.

Anorganische Chemie. Eine Einführung. 5. Auflage

VCH Verlag Weinheim (1990)

Haïkel, Y., Serfaty, R., Bleicher, P., Lwin, T.T.C., Allemann, C.

Effects of cleaning, disinfection and sterilization procedures on the cutting efficiency of endodontic files.

J Endod 22, 657-661 (1996)

Haïkel, Y., Serfaty, R., Wilson, P., Speisser, J.M., Allemann, C.

Mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments and the effect of sodium hypochloride treatment.

J Endod 24, 731-735 (1998)

Hamann, C., Vielstich, W.

Elektrochemie. 4. Auflage

Wiley-VCH Verlag Weinheim (2005)

Harten, H.U., Nägerl, H., Schulte, H.D.

Statistik für Mediziner.

VCH Verlag Weinheim (1993)

Haunfelder, D.

Praxis der Zahnheilkunde Bd. 3: Zahnerhaltung II.

Urban & Fischer Verlag München - Jena (1987)

Hellwig, E., Klimek, J., Attin, T.

Einführung in die Zahnerhaltung. 2. Auflage

Urban & Fischer Verlag München - Jena (1999)

Hollemann, A.F., Wiberg, E.

Lehrbuch der organischen Chemie.

de Gruyter Verlag Berlin (1995)

Holze, R.

Leitfaden der Elektrochemie.

Teubner Verlag, Stuttgart (1998)

Hoppe, W., Heinsen, J.P.

Schärfe-Grenzwerte von Wurzelkanalbohrern und ihre Bedeutung für die Wurzelkanalaufbereitung.

Dtsch Zahnärztl Z 38, 209-213 (1983)

Hülsmann, M.

Endodontie.

Thieme Verlag Stuttgart - New York (1993)

Hülsmann, M.

Zur Geschichte der Wurzelkanalaufbereitung.

Endodontie 2, 97-112 (1996)

Hülsmann, M., Denden, J.M.

Iatrogene Zwischenfälle bei der Wurzelkanalspülung - Literaturübersicht und Falldarstellung.

Endodontie 6, 191-205 (1997)

Hülsmann, M., Hahn, W.

Complications during root canal irrigation - literature review and case report.

Int Endod J 33, 186-193 (2000)

Hülsmann, M., Heckendorff, M., Lennon, A.

Chelating agents in root canal treatment: mode of action and indications for their use

Int Endod J 36, 810-830 (2003)

Hurrt, C.A., Rossman, L.E.

The sterilization of endodontic hand files.

J Endod 22, 321-322 (1996)

Int. Organization for Standardization

ISO 3630-1 Dental root canal instruments - Part I: Files, reamers, barbed broaches, rasps, paste carriers, explorers and cotton broaches.

Int. Org. for Standardization Genf (1992)

IZA

Informationen über Zahnärztliche Arzneimittel.

Bundeszahnärztekammer Köln (2000)

Jeansonne, M.J., White, R.R.

A comparison of 2,0 % chlorhexidine gluconate and 5,25 % sodium hypochloride as antimicrobial endodontic irrigant.

J Endod 20, 276-278 (1994)

Johnson, M.A., Primack, P.D., Loushine R.J., Craft, D.W.

Cleaning of endodontic files part I: the effect of bioburden on the sterilization of endodontic files.

J Endod 23, 32-34 (1997)

Kaesche, H.

Die Korrosion der Metalle. 3. Auflage

Springer Verlag Berlin (1990)

Kerekes, K., Tronstadt, L.

Long-term results of endodontic treatment performed with a standardized technique.

J Endod 5, 83-90 (1979)

Kissinger, P.T., Heinemann, W.R.

Cyclic voltammetry.

Journal Chem Educ 60, 702-706 (1983)

Klimm, w., Pfister, W., Eick, S., Koch, R.

Antimicrobial effect of low concentrations of chlorhexidine and sodium hypochloride.

J Dent Res 80 (Spec Iss), 722-727 (2001)

Klimm, W.

Endodontie. ISBN: 3131253819

DÄV GmbH Köln (2003)

Koçkapan, C.

Curriculum Endodontie.

Quintessenz Verlag Berlin (2003)

Komorowski, R., Grad, H., Wu, X.Y., Friedmann, S.

Antimicrobial substantivity of chlorhexidine-treated bovine dentin.

J Endod 26, 315-317 (2000)

Lejeune, F.

Die Zahnheilkunde im 13. Jahrhundert mit besonderer Berücksichtigung Guglielmo de Salicetos und Lanfrancis.

Ratsbuchhandlung Bamberg - Greifswald (1923)

Lilley, J.D.

Endodontic instrumentation before 1800.

J Br Endod Soc 9, 67-70 (1976)

Mabott, G.A.

An introduction to cyclic voltammetry.

J Chem Educ 60, 697-701 (1983)

Marsicovetere, E.S., Clement, D.J., Rio, C.E.

Morphometric video analysis of the engine-driven nickel-titanium Lightspeed instrument system.

J Endod 22, 231-235 (1996)

Martins, R.C., Bahia, M.G.A., Buono, V.T.L.

Surface analysis of ProFile instruments by scanning electron microscopy and x-ray energy-dispersive spectroscopy: a preliminary study.

Int Endod J 35, 848-853, 2002

Marxkors, R., Meiners, H.

Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde. 5. Auflage

Deutscher Zahnärzteverlag Köln (2001)

Massa, J.R., Nicholls, J.I., Harrington, G.W.

Torsional properties of the canal master instruments.

J Endod 18, 222-227 (1992)

Meckelburg, E.

Korrosionsverhalten von Werkstoffen. Eine tabellarische Übersicht.

VDI Verlag Düsseldorf (1990)

Meyer, W.

Die konservative Zahnheilkunde im Laufe der letzten hundert Jahre. Insbesondere Betrachtungen zum Bemühen, den Zahn zu erhalten, dessen Pulpa gangrös zerfällt oder zerfallen ist, was man Wurzelbehandlung nennt.

Dtsch Zahnärztl Z 17, 1446-1453 (1962)

Michel, K.

Wurzelkanalbehandlung im Jahre 1900: instrumente, Materialien und Methoden.

Med. Diss., Giessen (1993)

Mortimer, C.E., Müller, U.

Chemie. Das Basiswissen der Chemie. 8. Auflage

Thieme Verlag Stuttgart - New - York (2003)

Mueller, H.J.

Corrosion determination techniques applied to endodontic instruments - irrigating solution systems.

J Endod 8, 246-252 (1982)

Murgel, C.A.F., Walton, R.E., Rittmann, B., Pecora, J.D.

A comparison of techniques for cleaning endodontic files after usage: A quantitative scanning electron microscopic study.

J Endod 15, 214-217 (1990)

Neal, R.G., Craig, R.G., Powers, J.M.

Effect of sterilization and irrigants on the cutting ability of stainless steel files.

J Endod 9, 93-96 (1983)

Nehammer, C.f., Stock, C.J.R.

Preparation and filling of the root canal.

Br Dent J 158, 285-291 (1985)

Oliet, S., Sorin, S.M.

Inhibition of the corrosive effect of sodium hypochloride on carbon steel endodontic instruments.

J Endod 4, 12-16 (1978)

Öztan, M.D. Akman, A.A., Zaimoglu, L., Bilgic, S.

Corrosion rates of stainless steel files in different irrigating solutions.

Int Endod J 35, 655-659 (2002)

Parsons, G.J., Patterson, S.S., Miller, C.H., Katz, S., Kafrawy, A.H.

Uptake and release of chlorhexidine by bovine pulp and dentin specimens and their subsequent acquisition of antibacterial properties.

Oral Med Oral Surg Oral Pathol 49, 455-459 (1980)

Platzer, U., Sedelmeyer, J.

Die manuelle Wurzelkanalaufbereitung: Neue Instrumente - neue Techniken?

In: Akademie Praxis und Wissenschaft in der DGZMK: Neue Erkenntnisse aus Praxis und Wissenschaft.

Hanser München (1993)

Richter, K.

Das Leben des Physikers Johann Wilhelm Ritter: Ein Schicksal in der Zeit der Romantik.

Böhlhaus Nachfolger Weimar (2003)

Ring, M.E.

Anton van Leeuwenhoek and the tooth worm.

J Am Dent Assoc 83, 999-1001 (1971)

Rosenfeld, E.F., James, G.A., Burch, B.S.

Vital pulp tissue response to sodium hypochloride.

J Endod 4, 140-146 (1978)

Rouot, J.

Die Zahnheilkunde in der Antike.

In: Illustrierte Geschichte der Medizin. Hrsg.: Toellner, R.

Müller Verlag Erlangen (1992)

Schäfer, E., Tepel, J., Hoppe, W.

Schlusswort zur Diskussionsbemerkung zum Beitrag: Die Schneidleistung von Wurzelkanalinstrumenten bei drehend-schabender Arbeitsweise.

Dtsch Zahnärztl Z 48, 399-400 (1993)

Schäfer, E., Tepel, J., Hoppe, W.

Vergleichende Untersuchungen von Wurzelkanalinstrumenten aus herkömmlichem Stahl und Nickel-Titan Legierungen.

Endodontie 3, 185-188 (1994)

Schäfer, E. (a)

Das Instrumentarium zur manuellen Wurzelkanalaufbereitung. Teil 1: Wurzelkanalinstrumente aus Edelstahllegierungen.

Endodontie 4, 205-209 (1995)

Schäfer, E., Hoppe, W. (b)

Wurzelkanalinstrumente aus Titan-Aluminium, Nickel-Titan oder Edelstahl.

Zahnärztl Welt 104, 612-616 (1995)

Schäfer, E. (c)

Auswirkung verschiedener Sterilisationsverfahren auf die Schneidleistung von Wurzelkanalinstrumenten.

Dtsch, Zahnärztl Z 50, 150-153 (1995)

Schäfer, E.

Das Instrumentarium zur manuellen Wurzelkanalaufbereitung. Teil 3: Spezielle Wurzelkanalinstrumente.

Endodontie 5, 39-43 (1996)

Schäfer, E.

Metallurgie und Eigenschaften von Nickel-Titan Handinstrumenten.

Endodontie 7, 323-326 (1998)

Schilder, H., Yee, F.S.

Canal debridement and disinfection.

In: Pathway of the pulp. 4. Auflage; Hrsg.: Cohen, S. Burns, R.C.

Verlag Mosby St. Louis (1987)

Schroeder, A.

Endodontie. Ein Leitfaden für Studium und Praxis.

Quintessenz Verlag Berlin (1981)

Schübel, W.

Geschichte der Zahnheilkunde.

Deutscher Ärzteverlag Köln (1989)

Schulte, A., Pieper, K., Charalabidou, O. Stoll, R.

Prevalence and quality of root canal fillings in a German adult population.

Clin Oral Invest 2, 67-72 (1998)

Sommer, K.

Wissensspeicher Chemie.

Volk und Wissen Verlag Berlin (1996)

Sonntag, D., Heithecker, K.

Korrosion von Nickel-Titan instrumenten.

Endodontie 15, 23-30 (2006)

Stenman, E.

Effects of sterilization and endodontic medicaments on mechanical properties of root canal instruments.

Med Diss, Umea/Sweden (1977)

Stokes, O.W., Di Fiore, P.M., Barrs, J.T., Gilbert, J.L., Lautenschläger, E.P.

Corrosion in stainless steel and nickel-titanium files.

J Endod 25, 52-55 (1999)

Sudhoff, K.

Geschichte der Zahnheilkunde.

Ambrosius Barth Leipzig (1926)

Tepel, J., Schäfer, E., Hoppe, W.

Root canal instruments for manual use: Cutting efficiency and instrumentation of curved canals.

Int Endod J 28, 68-76(1995)

Tepel, J.

Experimentelle Untersuchung über die maschinelle Wurzelkanalaufbereitung.

Habilitationsschrift, Quintessenz Verlag Berlin (2000)

Thompson, S.A.

An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry.

Int Endod J 33, 297-310 (2000)

Torabinejad, M., Lemon, R.

Procedural accidents.

In: Principles and practise of endodontics., Hrsg.: Walton, J., Torabinehad, M., 2. Auflage, WB Saunders Philadelphia (1996)

Tostmann, K.H.

Korrosion. Ursachen und Vermeidung.

Wiley - VCH Verlag Weinheim (2001)

Tronstadt, L.

Clinical endodontics.

Thieme Verlag Stuttgart - New York (1991)

Van Benschoten, J.J., Lewis, J.Y., Heinemann, W., Roston, D., Kissinger, P.T.

Cyclic voltammetry experiment.

J of Chem Educ 60, 772-776 (1983)

Walia, H., Brantley, W.A., Gerstein, H.

An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files.

J Endod 14, 346-351 (1988)

Walton R.E.

Dental Report: Aktuelle Aspekte der Endodontie.

Medica Verlag Amsterdam (1992/II)

Webber, J., Moser, J.B., Heuer, M.A.

A method to determine the cutting efficiency of root canal instruments in linear motion.

J Endod 6, 829-834 (1980)

Weber, T.

Memorix Zahnmedizin. 2. Auflage

Thieme Verlag Stuttgart - New York (2003)

Weine, F.S.

Endodontic therapy. 4. Auflage

Verlag Mosby St. Louis (1989)

Weine, F.S.

Endodontic therapy. 5. Auflage

Verlag Mosby St. Louis (1996)

Whitworth, J.M., Seccombe, C.V., Shoker, K., Steele, J.G.

Use of rubber dam and irrigant selection in UK general dental practice.

Int End J 33, 435-441 (2000)

Witton, R., Brennan, P.A.

Severe tissue damage and neurological deficit following extravasation of sodium hypochloride solution during routine endodontic treatment.

Brit Dent J 198, 749-750 (2005)

Younis, O.

The effect of sterilization techniques on the properties of intracanal instruments.
Oral Surg 43, 130-133 (1977)

Zinelis, S., Margelos, J.

Failure mechanism of hedström endodontic files in vivo.
J Endod 28, 471-473 (2002)

Zöfel, P.

Statistik verstehen. Ein Begleitbuch zur computergestützten Anwendung.
Addison Wesley Verlag München (2001)

9. Anhang

9.1. Materialliste

Handelsname / Produkt	Hersteller / Bezugsquelle
1. NaOCl-Lösung	Aug. Hedinger GmbH & Co. KG D-70327 Stuttgart
2. Standard-Calomel-Elektrode	Milian AG CH-4057 Basel
3. Glassy-Carbon-Stabelektrode	SPI-Supplies D-80809 München
4. Heizplatte mit Magnetrührer RCT-Basic	IKA GmbH & Co. KG D-79219 Staufen
5. elektronischer Temperaturregler	IKA GmbH & Co. KG D-79219 Staufen
6. Potentiostat/Galvanostat Model 273 EG & G Parc	Gamec Analysentechnik GbR D-66557 Illingen
7. Stoppuhr	Hanhart D-10405 Berlin
8. Software Modell 270 Electrochemical Analysis System EG & G Parc	Gamec Analysentechnik GbR D-66557 Illingen
9. Kaliumhexacyanoferrat II	Sigma-Aldrich Chemie GmbH D-30918 Seelze
10. Kaliumhexacyanoferrat III	Sigma-Aldrich Chemie GmbH D-30918 Seelze
11. NaCl	Sigma-Aldrich Chemie GmbH D-30918 Seelze
12. Fernrohr lupen-Brille G 2	Carl Zeiss Vision GmbH D-73428 Ahlen
13. Diamant Schleifinstrument	Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG D-32631 Lemgo
14. Leit-C® Kohlenstoffkleber	G. Neubauer GmbH D-48153 Münster

Handelsname / Produkt	Hersteller / Bezugsquelle
15.REM-Probenteller Ø 13mm	Plano GmbH D-35578 Wetzlar
16. Rasterelektronenmikroskop Leitz AMR 1600T	Ernst-Leitz Wetzlar GmbH D-35576 Wetzlar
17. SPSS® für Windows Version 12.0	SPSS GmbH Software D-81669 München
18. Thymolum cryst.	Caesar & Lorentz GmbH D-40721 Hilden
19. Gates-Glidden-Bohrer	Vereinigte Dentalwerke GmbH D-81709 München
20. VDW Hedströmfeilen	Vereinigte Dentalwerke GmbH D-81709 München
21.Gummistopper	Vereinigte Dentalwerke GmbH D-81709 München
22. Zufallsgenerator	Random Organisation Inc. www.random.org
23. Interimsständer	Vereinigte Dentalwerke GmbH D-81709 München
24. 4%ige Lösung Gigasept® AF	Schülke & Mayr GmbH D-22851 Norderstedt
25. Bandelin Sonorex Super Ultraschallbad	Schalltec GmbH D-64546 Mörfelden-Walldorf
26. Sauter® Dampf-Sterilisator Modell 5050-12 M 478200	Sauter AG D-50996 Köln
27. Rasterelektronenmikroskop Cam Scan 4 mit angeschlossener energiedispersiver Röntgenanalyse	Thermo Electron Corporation D-76227 Karlsruhe
28. Sili-Halbleiterdetektor	Thermo Electron Corporation D-76227 Karlsruhe

9.2. Tabellen und Listen

9.2.1. Zykelvoltametrische Messungen

Feilenr	Messung nach x min	Maillefer mA	FKG mA	Kerr mA	VDW mA
1	1 min	1,60	1,36	0,66	1,45
	5 min	1,64	1,34	0,71	1,47
	10 min	1,75	1,34	0,64	1,49
	15 min	1,69	1,31	0,66	1,48
	20 min	1,73	1,29	0,64	1,43
2	1 min	1,61	0,97	0,78	1,29
	5 min	1,30	0,95	1,73	1,28
	10 min	1,57	0,87	1,56	1,30
	15 min	1,59	0,89	1,61	1,30
	20 min	1,55	0,88	1,46	0,96
3	1 min	1,48	0,89	1,47	1,19
	5 min	1,50	0,88	1,55	1,25
	10 min	1,49	0,84	1,48	1,27
	15 min	1,40	0,82	1,52	1,25
	20 min	1,45	0,81	1,55	1,27
4	1 min	1,53	1,47	0,63	0,55
	5 min	1,68	1,42	0,63	0,44
	10 min	1,57	1,43	0,61	0,42
	15 min	1,55	1,38	0,61	0,45
	20 min	1,54	1,31	0,58	0,29
5	1 min	1,61	1,29	1,29	0,69
	5 min	1,60	1,32	1,32	1,43
	10 min	1,55	1,29	1,29	1,50
	15 min	1,59	1,28	1,28	1,45
	20 min	1,59	1,25	1,25	1,53
6	1 min	1,54	0,95	0,57	1,58
	5 min	1,55	0,91	0,50	1,55
	10 min	1,48	0,84	0,47	1,54
	15 min	1,48	0,84	0,46	1,55
	20 min	1,47	0,83	0,44	1,55

Abb. 90: Feilen in 3%iger NaOCl-Lösung, Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78 V.

Feilennr.	Messung nach x min	Maillefer mA	FKG mA	Kerr mA	VDW mA
1	1 min	2,31	1,93	1,95	1,15
	5 min	2,24	1,64	1,98	1,19
	10 min	2,04	1,43	2,03	1,20
	15 min	2,42	1,54	2,06	1,24
	20 min	2,27	1,65	1,93	1,25
2	1 min	1,88	1,78	1,55	1,16
	5 min	1,91	1,55	1,47	1,20
	10 min	1,96	1,39	1,44	1,21
	15 min	1,84	1,56	1,37	1,21
	20 min	1,72	1,67	1,30	1,15
3	1 min	1,83	1,79	1,35	1,56
	5 min	1,80	1,47	1,38	1,19
	10 min	1,61	1,42	1,38	0,79
	15 min	1,86	1,55	1,32	1,18
	20 min	1,81	1,60	1,25	1,20
4	1 min	2,27	2,56	1,86	1,77
	5 min	2,35	2,31	1,70	1,74
	10 min	2,44	2,35	1,76	1,68
	15 min	2,53	2,35	1,70	1,81
	20 min	2,61	2,44	1,59	1,68
5	1 min	2,59	2,45	1,78	1,90
	5 min	2,39	2,15	1,67	1,82
	10 min	2,39	2,07	1,67	1,83
	15 min	2,52	2,07	1,72	1,77
	20 min	2,51	2,27	1,73	1,82
6	1min	2,31	2,21	1,67	1,64
	05min	2,26	1,74	1,83	1,58
	10min	2,22	1,72	1,66	1,48
	15min	2,26	1,83	1,60	1,47
	20min	2,27	1,95	1,65	1,65

Abb. 91: Feilen in 5%iger NaOCl-Lösung, Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78 V.

Feilennr.	Messung nach x min	Maillefer mA	FKG mA	Kerr mA	VDW mA
1	1 min	2,40	2,69	2,59	2,37
	5 min	2,86	2,27	2,60	2,61
	10 min	2,69	2,59	2,54	2,12
	15 min	3,12	2,99	2,72	2,74
	20 min	3,23	3,29	2,95	2,96
2	1 min	2,50	2,56	2,55	2,42
	5 min	2,71	2,31	2,60	2,29
	10 min	2,69	2,10	2,47	2,29
	15 min	2,93	2,57	2,62	2,50
	20 min	3,03	3,11	2,93	2,58
3	1 min	2,69	3,15	2,47	2,03
	5 min	2,66	2,35	2,37	2,15
	10 min	2,90	2,52	2,29	2,30
	15 min	3,08	2,83	2,63	2,39
	20 min	2,27	3,03	2,65	2,48
4	1 min	2,97	2,72	2,15	2,03
	5 min	2,70	2,55	2,16	2,15
	10 min	2,69	2,62	2,39	2,26
	15 min	2,94	2,71	2,18	2,22
	20 min	3,20	2,97	2,27	2,34
5	1 min	3,16	2,40	2,40	2,17
	5 min	2,43	2,30	2,30	2,31
	10 min	2,27	2,57	2,57	2,54
	15 min	2,50	2,28	2,82	2,50
	20 min	2,74	3,13	3,13	2,52
6	1 min	2,88	2,48	2,35	1,74
	5 min	2,47	2,07	2,40	1,73
	10 min	2,57	2,28	2,14	1,81
	15 min	2,41	2,64	2,02	1,86
	20 min	2,41	2,82	2,18	1,97

Abb. 92: Feilen in 7%iger NaOCl-Lösung, Stromstärke in mA bei einer Spannung von 0,78 V.

9.2.2. REM-Untersuchung

Die Zahlen bezeichnen die jeweilige Bildnummer (22-42).

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
401						26-34		22-25, 37-41	35, 36
402							31-40	22-30	
403								22-27 41-42	28-40
404								24-30 34-36, 40-42	22-23 31-33 37-39
405				22-26	29-33				27-28 34-38
406					32-41		29-38		22-28
407					31-41		33-41		22-30 42
408					23-40		22-23		41
409					22-42		22-23		
410					29-42		22-26		27-28
411								33-39	22-32 40-41
412			31-41				23-29		22, 30

Abb. 93: Decodierte Feilen des Vorversuchs, Zuordnung der REM-Aufnahmen zu den Oberflächenverschmutzungstypen.

9.2.3. Hauptversuch

Die Zahlen bezeichnen die jeweilige Bildnummer (1-21).

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
040								1-15 19	16-18 20
074				20				1-11 18-20	12-17
068							13-21	21	1-12
093						1-15			16-21
020								3-4	1-2 5- 20
097								1-12 20	13-19
008								8-12	1-7 13- 20
031								9-11 20	1-8 12- 19
005								1-5, 8, 11, 13, 17	6,7,12, 9, 10, 14-16 18-20
057				1-8					9-20

Abb. 94: Decodierte Maillefer-Feilen, kein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
085				1-3		4-14			15-20
014					7-17				1-6 18-20
007				4, 12				12-17	1-3 5-11 18-20
065						7-12		12-18	1-6 19-20
088			8-11						1-7 12-20
001									1-21
066							8-20	6-20	1-5
015					4		1-6, 10		7-9 11-20
051				17	1-9				10-16 18-20
047					1	6-12		18-20	2-5 13-17

Abb. 95: Decodierte Maillefer-Feilen, ein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
103		4-14		4, 20					1-3 15-19
039							1-20	9-20	
028							4-20	19-20	1-3
089					17-20				1-16
083									1-20
095						13-20		19-20	1-12
076							11-20	13-20	1-10
009							5-12		1-4 13-20
052							1-20		
033							1-20		21

Abb. 96: Decodierte Maillefer-Feilen, fünf Belastungszyklen.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
080				3-8		8-12	12-17	1-6	18-20
042						3-11	15-20	13-15	1-2, 12,
032				1-5		3-5	5-20		
104				17-20		1-20			
107						1-16			17-20
016				4-6	9		17-20	3-6	1-2 7-8 10-16
025							4-20	4-14	1-3
044									1-20
086									1-20
094						10-20	16-20		1-9

Abb. 97: Decodierte FKG-Feilen, kein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
043							1-20	10-14	
050			1-15				5-20		
017		3-16	3-16		6-9				1-2 17-20
071						7-15	1-8		16-20
091		2-19			5-7	9-20			1
082							12-20		1-11
073			1-17				17-20		
101						2-20		1-20	
064			8-20			1-8			
006			8-20		8-20				1-7

Abb. 98: Decodierte FKG-Feilen, ein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
078				1-9		1-15		7-20	
099					9-11				1-8 12-20
018		10-16				4	6-16	20	1-3, 5, 17-19
027					2-6	10-12		7-19	1, 20
004		6-9							1-5 10-20
055				4-20		2-9	1-20	8-20	
092						13-20			1-12
013		2-20		20					1
012		11-20							1-10
002									1-20

Abb. 99: Decodierte FKG-Feilen, fünf Belastungszyklen.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
081								1, 6-9 19-21	2-5 10-18
011					3-5	1-8		1,7-13	14-21
029			2-9			2-6		2-20	1, 21
003								1-19	20-21
102						1-16		8-16	17-20
021								2-3 10-12 15-21	1 4-9 13-14
030			8-19				4-20	1-20	
077						1-13	13-20		
034								1-5, 7, 11, 17-20	6, 21 8-10 12-16
060				1			11-21	5-17	2-4

Abb. 100: Decodierte Kerr-Feilen, kein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
070			3-20		2-20			3-20	1, 21
059					4-14				1-3 15-21
105				21	1-7				8-20
108					1-18				19-21
061			1		1-16				17-21
026					1-20				
037			1-13				1-20		21
075			7-15	1-6					16-21
096					1-20			9-15	
036			4-12	1-4			19-20	20	13-18

Abb. 101: Decodierte Kerr-Feilen, ein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
049			4					10-17	1-9 18-20
056						1-2	12-20		3-11
035							1-20		
106				21			16-21		1-15
010				12-18			9-20	10-19	1-8
084									1-20
038				1-5				6-20	
069				19-20			1-20		21
024				3				1	2,4-21
022									1-20

Abb. 102: Decodierte Kerr-Feilen, fünf Belastungszyklen

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
401						26-34		22-25, 37-41	35, 36
402							31-40	22-30	
403								22-27 41-42	28-40
404								24-30 34-36, 40-42	22-23 31-33 37-39
045								15-20	1-14
058								3-20	1-2
019								5-10 17	1-4 11-16 18-20
090								21	1-20
062								1-8 17-18	9-16 19-21
067								4-6 10	1-3 7-9 11-21

Abb. 103: Decodierte VDW-Feilen, kein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
409					22-42		22-23		
410					29-42		22-26		27-28
411								33-39	22-32 40-41
412			31-41				23-29		22, 30
046									1-20
100		1-20							
054				2-17				9-18	1 19-21
072			18	3-16					1-2,17 19-20
048				15-19			1-20		
098					7-20				1-6

Abb. 104: Decodierte VDW-Feilen, ein Belastungszyklus.

Feile	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	Typ 5	Typ 6	Typ 7	Typ 8	Typ 9
405				22-26	29-33				27-28 34-38
406					32-41		29-38		22-28
407					31-40		33-40		22-30
408					23-40		22-23		41
087							15-20		1-14
063							1-20		21
053							1-20		
041		1-3					12-16		4-11 17-20
023				19			7-12		1-6 13-18 20-21
079									1-20

Abb. 105: Decodierte VDW-Feilen, fünf Belastungszyklen.

10. Danksagung

Ich möchte Herrn Professor Dr. Vitus Stachniss für die Überlassung des Dissertationsthemas und für die sehr gute Betreuung dieser Arbeit danken.

Besonders herzlicher Dank gilt Herrn Oberarzt Dr. David Sonntag der trotz seiner vielfältigen Aufgaben immer ein offenes Ohr für Fragen bezüglich meiner Dissertation hatte. Mit seinen Ratschlägen und Tipps hat er maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Herrn Dirk Hellwig aus dem Fachbereich für Geowissenschaften der Universität Marburg danke ich vielmals für die Durchführung der EDX-Messungen. Ohne seine Hilfe wäre mir dies nicht möglich gewesen.

Dr. Markus Mickel sowie dem gesamten Arbeitskreis für angewandte biophysikalische Chemie der Universität Marburg unter der Leitung von Prof. Dr. Norbert Hampp danke ich für die Unterstützung und Hilfsbereitschaft bei der Ausführung der zykovoltametrischen Messungen und des Turnbulls-Blau Testes.

Prof. Hans J. Schäfer aus dem Institut für organische Chemie in Münster möchte ich herzlich für die kompetente Beratung bei der Auswertung der zykovoltametrischen Messung danken.

Besonderer Dank gilt meiner Familie für den Rückhalt und die bedingungslose Unterstützung, die sie mir stets gewährt haben.

Kian, dir danke ich für deine Geduld und die vielen fachlichen Ratschläge.

11. Verzeichnis akademischer Lehrer

Meine akademischen Lehrer waren die Damen und Herren Professoren und Dozenten

Aumüller, Austermann, Barth, Basler, Cetin, Dalchow, Daut, Dibbets, Feuser, Flores de Jacoby, Folz, Garten, Gente, Geus, Gudermann, Hasilik, Höffken, Koolmann, Lehmann, Lemke, Lill, Lohoff, Löffler, Lotzmann, Mandrek, Mengel, Mittag, Mutters, Neumüller, Pieper, Radsak, Röhm, Röper, Schäfer, Schneider, Seitz, Stachniss, Steiniger, Stelzel, Stiletto, Stoll, Studer, Teymoortasch, Umstadt, Voigt, Weihe.

-
- ⁱ NaOCl-Lösung
 - ⁱⁱ Referenzelektrode
 - ⁱⁱⁱ Gegenelektrode
 - ^{iv} Heizplatte
 - ^v Thermometer
 - ^{vi} Potentiostat Cyclovoltammetrie
 - ^{vii} Stoppuhr
 - ^{viii} Software Cyclovoltammetrie
 - ^{ix} Kaliumhexacyanoferrat II (Turnbulls Blau Test)
 - ^x Kaliumhexacyanoferrat III (Turnbulls Blau Test)

 - ^{xi} NaCl (Turnbulls Blau Test)

 - ^{xii} Lupenbrille (meine, Turnbull)
 - ^{xiii} Diamant
 - ^{xiv} Kohlenstoffkleber Firma Plano
 - ^{xv} Probenteller
 - ^{xvi} REM
 - ^{xvii} statistische Auswertung
 - ^{xviii} Thymol-Lösung

 - ^{xix} Gates-Glidden-Bohrer
 - ^{xx} Hedströmfeilen versch. Größen zur Aufbereitung der Zähne

 - ^{xxi} verschiedenfarbige Gummistopper
 - ^{xxii} Zufallsgenerator

 - ^{xxiii} Interimsständer

 - ^{xxiv} Desinfektionslösung Hauptversuch
 - ^{xxv} Ultraschallbad

 - ^{xxvi} Sterilisator

 - ^{xxvii} EDX (Rasterelektronenmikroskop des Typs

Cam Scan 4 mit angeschlossener energiedispersiver Röntgenanalyse der

Firma Thermonoran)

^{xxviii} Sili-Halbleiterdetektor der Firma Noran